

MINISTERUL ÎNVĂȚĂMÂNTULUI
UNIVERSITATEA " POLITEHNICA " TIMIȘOARA
Facultatea de Mecanică

ing. Livius UDRESCU

TEZĂ DE DOCTORAT

Conducător științific:
Prof. dr. ing. Ioan Gh. CARȚIȘ

TIMIȘOARA
1997

MINISTERUL ÎNVĂȚĂMÂNTULUI
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" TIMIȘOARA
Facultatea de Mecanică

ing.Livius UDRESCU

COMPORTAREA ÎN MEDII COROSIVE
ȘI LA SOLICITĂRI VARIABILE LA TEMPERATURI RIDICATE
A OȚELULUI 40Cr10 NITRURAT IONIC

TEZĂ DE DOCTORAT

Conducător științific:
Prof.dr.ing.Ioan Gh.CARȚIȘ

BIBLIOTECA CENTRALĂ
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"
TIMIȘOARA

613.452
366 B.

TIMIȘOARA

1997

Referenți științifici:

Prof.dr.ing. Valeriu DEAC,
Universitatea "LUCIAN BLAGA" din SIBIU

Prof.dr.ing. Alexandru MANIU,
Universitatea "TRANSILVANIA" din BRAȘOV

Prof.dr.ing. Mircea GOLUMBA,
Universitatea "EFTIMIE MURGU" din REȘIȚA

Prof.dr.ing. Ioan ILCA,
Universitatea "POLITEHNICA" din TIMIȘOARA,
Facultatea de Inginerie din HUNEDOARA

Cercet.șt.șr.I dr.ing. Romulus PASCU,
Institutul de Sudură și Încercări de Mate-
riale din TIMIȘOARA

Lucrarea conține 242 de pagini, 253 (286) de figuri, 39 de
tabele și 63 de relații matematice și reacții chimice.

C U P R I N S

INTRODUCERE	1
Cap.1. STADIUL ACTUAL AL APLICĂRII INDUSTRIALE A NITRURĂRII IONICE	3
1.1. Domenii de aplicare industrială a nitrurării ionice.....	4
1.2. Instalații industriale pentru nitrurare ionică.....	15
1.2.1. Instalații produse de firme străine.....	15
1.2.2. Instalații de producție indigenă.....	22
1.2.2.1. Instalații tip "INI" (IFTAR București).....	22
1.2.2.2. Instalații tip "NITRION" (Metalotehnica Tg.-Mureș).....	24
1.3. Concluzii.....	26
Cap.2. PROCESE FIZICE CARE STAU LA BAZA NITRURĂRII IONICE (ÎN PLASMĂ)	27
2.1. Noțiuni generale despre plasmă și fizica plasmei.....	27
2.2. Producerea descărcărilor electrice în gaze.....	34
2.3. Plasma descărcării luminescente.....	38
Cap.3. CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND INFLUENȚA DIFERIȚILOR FACTORI ASUPRA STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR STRATURILOR NITRURATE IONIC LA OȚELURI DE PROVENIENȚĂ INDIGENĂ	42
3.1. Considerații generale.....	42
3.2. Condiții de experimentare.....	43
3.2.1. Caracterizarea oțelurilor supuse cercetărilor. Probe. Instalație și aparatură.....	43
3.2.2. Instalația și tehnologia de nitrurare ionică.....	47
3.2.2.1. Procese la catod (piese).....	49
3.2.2.2. Fenomene nedorite care pot să apară la nitrurarea ionică.....	53
3.2.2.3. Analiza critică a instalației "NITRION-10".....	55
3.2.2.4. Variantă constructivă de retortă.....	58

3.3. Influența parametrilor tehnologici de bază ai nitrurării ionice asupra structurii stratului superficial.....	60
3.3.1. Temperatura de nitrurare.....	60
3.3.2. Durata de nitrurare.....	64
3.3.3. Compoziția gazului de lucru.....	64
3.3.3.1. Amoniac disociat (25%N ₂ +75%H ₂).....	64
3.3.3.2. Amestec de azot și hidrogen în proporții diferite.....	65
3.4. Influența parametrilor tehnologici asupra proprietăților straturilor nitrurate ionic.....	66
3.4.1. Duritatea și grosimea.....	66
3.4.2. Tenacitatea (fragilitatea).....	88
3.4.2.1. Metoda amprenteii de duritate Vickers.....	88
3.4.2.2. Metoda îndoirii probei.....	89
3.4.2.3. Metoda răsucirii probei.....	93
3.4.3. Starea de tensiuni.....	95
3.4.4. Proprietăți anticorozive.....	101
3.4.4.1. Tipuri și mecanisme de coroziune.....	101
3.4.4.2. Rezistența la coroziune în diferite medii de corodare....	103
3.5. Influența compoziției chimice a oțelurilor asupra structurii și proprietăților straturilor nitrurate ionic.....	111
3.6. Criterii de optimizare a condițiilor de nitrurare ionică.....	115
3.6.1. Modelarea matematică a funcțiilor obiectiv (de răspuns) corespunzătoare nitrurării ionice.....	117
3.6.1.1. Modelarea funcției obiectiv $y = f(T, \tau)$	117
3.6.1.2. Modelarea funcției obiectiv $y = f(T, \tau, \%)$	124
3.7. Influența stării antenitrurare a pieselor asupra structurii și proprietăților straturilor nitrurate ionic.....	135
3.8. Influența parametrilor tehnologici asupra calității (rugozității) suprafețelor pieselor nitrurate ionic.....	139
3.9. Influența regimurilor de nitrurare ionică asupra dimensiunilor și formei pieselor.....	141
Cap.4. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA UZARE.....	150
4.1. Noțiuni introductive.....	150
4.2. Încercarea la uzare prin rostogolire sau rostogolire cu alunecare.....	152
4.3. Încercarea la uzare abrazivă.....	154
4.4. Rezultate experimentale. Interpretări.....	156

Cap.5. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA ȘOC.....	163
5.1. Considerații generale.....	163
5.2. Cercetări privind încercările la încovoiere printr-un singur șoc, prin șocuri repetate și sub acțiunea corosivă a unor medii pe epruvete cu creștătură (tip Charpy).....	164
5.2.1. Încercarea la încovoiere printr-un singur șoc la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic.....	164
5.2.2. Încercarea la încovoiere prin șocuri repetate la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic.....	170
5.2.2.1. Rezultate experimentale și analiza lor.....	173
5.2.3. Încercarea la încovoiere prin șocuri repetate la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic și corodate. Rezultate și interpretarea lor.....	176
Cap.6. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA OBOSEALĂ PRIN ÎNCOVOIERE ROTATIVĂ.....	182
6.1. Noțiuni introductive.....	182
6.1.1. Influența factorilor constructivi asupra rezistenței la oboseală.....	184
6.1.2. Influența factorilor tehnologici.....	185
6.1.3. Influența condițiilor de lucru.....	186
6.2. Încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă.....	187
6.2.1. Introducere.....	187
6.2.2. Oțeluri, tratamente și epruvete de încercare.....	187
6.2.3. Efectuarea încercării.....	189
6.3. Influența structurii și caracteristicilor stratului nitrurat ionic asupra rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă.....	193
6.3.1. Structura și caracteristicile stratului nitrurat ionic.....	193
6.3.2. Evaluarea rezultatelor experi- mentale.....	194
6.4. Influența temperaturii asupra rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă a oțe- lului 40Cr10 nenitrurat și nitrurat ionic.....	202
6.4.1. Considerații generale.....	202
6.4.2. Comportarea la oboseală prin înc- voiere rotativă la temperaturi până la 500°C a epruvetelor îmbunătățite....	204

6.4.3. Comportarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi până la 500°C a epruvetelor nitrurate ionic.....	207
6.4.3.1. Comportarea la oboseală la temperaturi ridicate a epruvetelor nitrurate ionic după o menținere îndelungată la temperatura ambiantă.....	208
6.4.3.2. Comportarea la oboseală, la temperatura ambiantă, a epruvetelor nitrurate ionic și încălzite până la 500°C.....	210
6.5. Modificări ale caracteristicilor stratului nitrurat ionic prin încălzire la temperaturi ridicate.....	211

Cap. 7. CONCLUZII FINALE ȘI CONTRIBUȚII PERSONALE.....	214
--	-----

BIBLIOGRAFIE

ANEXE

INTRODUCERE

Mărirea fiabilității (competitivității) produselor industriale (mașini, utilaje, instalații, agregate) constituie preocuparea permanentă pe plan național și mondial a specialiștilor, în contextul creșterii substanțiale a prețului de cost al materiilor prime și energiei electrice.

În acest sens, există mai multe căi, una dintre ele fiind implementarea de tehnologii noi de prelucrare a materialelor, în special la cald, cu eficiență economică ridicată, respectiv aplicarea unor tratamente de suprafață (termice sau termochimice), corespunzătoare formei și dimensiunilor pieselor în stare finită, care să confere straturilor superficiale proprietăți fizice, chimice, mecanice și metalurgice superioare celor obținute prin tratamente termice volumice. Dacă, însă, călirile superficiale (cu flacără, prin curenți de inducție sau prin contact electric) se pretează numai la suprafețe de formă regulată (cilindrice sau plane), tratamentele termochimice se aplică celor mai complexe forme de piese.

Comparativ cu călirile superficiale și cu alte tratamente termochimice (mai ales, carburarea), nitrurarea, în general, și, îndeosebi, nitrurarea ionică, numită și nitrurarea în plasmă (în descărcare luminiscentă anormală), contribuie la creșterea durității (rezistenței la uzare), rezistențelor mecanice (statice, dinamice și la solicitări variabile) a organelor de mașini, pe de o parte, iar pe de alta și a rezistenței la coroziune, toate acestea datorită morfologiei și caracteristicilor stratului nitrurat (grosime, duritate, nivel de tensiuni remanente etc.), în final, deci, la mărirea durabilității și fiabilității acestora.

În literatura de specialitate autohtonă și străină există numeroase lucrări de stabilire a regimurilor optime de nitrurare ionică pentru obținerea principalilor parametri ai stratului nitrurat (grosime și duritate) potrivit cerințelor impuse organului de mașină sau sculei, ea fiind însă mai săracă în lucrări despre încercări la diferite solicitări mecanice ale materialelor metalice, îndeosebi la solicitările la oboseală prin încovoiere rotativă la țempe-

raturi ridicate și la șocuri repetate, care sunt de un interes tehnic considerabil.

În timpul funcționării produselor industriale pot să apară, în piesele solicitate la oboseală, încălziri semnificative prin frecare sau/și prin transformare a energiei de deformare plastică variabilă. De asemenea, anumite componente ale mașinilor și instalațiilor lucrează și în medii corosive, toate acestea făcându-le să iasă prematur din funcțiune.

Obiectivul principal al lucrării este, așadar, acela de a arăta influența nitrurării ionice asupra, în principal, rezistențelor la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate și la șocuri repetate ale pieselor executate din oțeluri slab aliate pentru construcții mecanice, respectiv interdependența dintre principalii parametri tehnologici ai nitrurării ionice (temperatura și durata de nitrurare și compoziția gazului de lucru) și structura și caracteristicile stratului superficial, precum și modificările structurale și ale proprietăților stratului nitrurat sub acțiunea solicitărilor mecanice, a celor termice și a mediilor corosive.

În lucrare se prezintă rezultatele cercetărilor științifice proprii obținute în condiții atât de laborator, cât și industriale.

Teza de doctorat "COMPORTAREA ÎN MEDII COROSIVE ȘI LA SOLICITĂRI VARIABLE LA TEMPERATURI RIDICATE A OȚELULUI 40Cr10 NITRURAT IONIC" a putut fi elaborată datorită climatului de cercetare științifică existent în catedra de Studiul Materialelor și Tratamente Termice de la Facultatea de Mecanică a Universității "POLITEHNICA" din Timișoara, precum și datorită activităților de cercetare fundamentală și contractuală în domeniul nitrurării ionice, desfășurate de autor timp de aproape 15 ani cu unități industriale din Timișoara și din zona de vest a țării.

Autorul mulțumește conducătorului științific, distinsul său Dascăl, D-1 Prof.dr.ing.Ioan Gh. CARTIȘ, atât pentru îndrumarea competentă, de înaltă ținută științifică, și pentru deosebitul sprijin acordate la realizarea tezei, cât și pentru contribuția majoră la formarea profesională și morală a autorului, precum și pentru orientarea acestuia, în activitatea științifică, în domeniul tratamentelor de suprafață, exprimând profundă prețuire și deosebită recunoștință.

Cap.1. STADIUL ACTUAL AL APLICĂRII INDUSTRIALE A NITRURĂRII IONICE

Nitrurarea ionică este un procedeu modern de îmbogățire cu azot a suprafețelor diverselor piese și scule din construcția de mașini, având la bază principiul descărcării electrice luminiscente în gaze rarefiate, respectiv starea de "plasmă" (a patra stare de agregare a materiei) la care se ajunge în anumite condiții de potențial și presiune de gaz de lucru-amestec de azot și hidrogen, [1,2,3]. Ea se aplică cu scopul îmbunătățirii caracteristicilor de exploatare ale produselor, respectiv a duratei lor de funcționare.

Dacă despre nitrurarea clasică (gazoasă) există date încă de la începutul secolului al XX-lea (lucrările cercetătorului Cijevski din anii 1907-1914), ea aplicându-se la scară industrială începând cu lucrările lui Fry din anul 1923, nitrurarea ionică a fost propusă pentru prima dată de către Berghaus, în anul 1932 (patent) [2], deși noțiunea de "plasmă" a fost rostită de către Langmuir, încă din anul 1928, și se referea la regiunea coloanei pozitive a unei descărcări în gaze [3], iar folosirea sa industrială s-a petrecut de abia la începutul anilor '70, când au fost construite instalații corespunzătoare.

Prima instalație de nitrurare ionică cu o putere de 10 kW a fost construită în Germania (Dortmund), în anul 1958, care a funcționat timp de 25 de ani. La sfârșitul anilor '60 și în continuare, firma Klöckner (Köln, Germania) construiește și dezvoltă o adevărată industrie de instalații de nitrurare ionică, moderne și performante, unele dintre acestea funcționând și în România.

Pe piața mondială de astfel de instalații, alături de firme din Germania, s-au impus și firme din Franța, Anglia, Rusia, S.U.A, Japonia, China etc. și chiar din România.

În țara noastră se execută instalații de foarte bună calitate la Institutul de Fizica și Tehnologia Aparatelor cu Radiații-IFTAR, de pe platforma de la Măgurele-București (Institutul Central de Fizică-ICEFIZ), începând din anul 1975 [4], și la "Metalotehnica" (Filiala C.C.S.I.T.M.U.I.U) din Târgu-Mureș, din anul 1977 [5].

Datorită condițiilor foarte severe la care este supusă o instalație de nitrurare ionică în exploatarea industrială (10^3 - 10^4 arcuri pe șarjă, metalizări sau chiar fisurări ale izolatoarelor din retortă) și pentru realizarea în bune condiții și cu rezultate reproductibile a tehnologiilor de nitrurare ionică, instalațiile sunt prevăzute cu aparatură de măsură, control și protecție de înaltă precizie, iar ultimele generații sunt dotate cu calculatoare de proces, astfel că manopera și supravegherea procesului sunt mult reduse, un operator putând deservi până la 10 instalații de nitrurare ionică.

Deși aceste instalații au un preț de cost ridicat datorită componentelor din domeniul tehnicii vidului și gradului înalt de automatizare, alături de costul oțelului inoxidabil din care este executată retorta, perioada de amortizare a lor se reduce, ca urmare a multiplelor avantaje pe care le prezintă nitrurarea ionică (durată redusă, caracteristici fizico-mecanice ale stratului superior, stabilitate dimensională și de formă ridicate ș.a.).

1.1. Domenii de aplicare industrială a nitrurării ionice

Nitrurarea ionică se aplică pieselor executate din oțeluri, fonte cenușii, materiale sinterizate [6], [7] intens solicitate la uzare, oboseală și, uneori, supuse la coroziune, ea fiind aplicabilă și pieselor solicitate la șocuri și chiar la torsiune, deoarece la oțelurile aliate și pentru anumite regimuri de tratament (temperatură și durată de nitrurare, compoziția gazului de lucru) se obține un strat nitrurat fără zona de combinație (eventual, de grosime foarte mică-câțiva micrometri, iar nitrura formată este γ' -Fe₃N, v. cap.3).

Rezultate remarcabile s-au obținut prin nitrurarea ionică a unor organe de mașini (arbori cotiți, arbori cu came, came, biele, supape, culbutoare, tije de plunjer, șuruburi elicoidale transportoare, șuruburi conducătoare, cuplaje cu plăci de fricțiune, role de ghidare, roți dințate, cremaliere, roți de curea etc.) executate din oțeluri aliate, de regulă, pentru construcții mecanice (cel mai reprezentativ fiind oțelul 39MoAlCr15, standardizat pentru nitrurare, conform STAS 791-88) și din fonte cenușii lamelare și nodulare,

sculelor aşchietoare și pentru prelucrări la rece și la cald fabricate din oțeluri aliate și înalt aliate și diverselor piese executate din oțeluri inoxidabile, refractare și de înaltă rezistență.

În ultimul timp, pentru construcția unor roți dințate, arbori, cilindri de laminor etc., piese realizate prin forjare, se folosește un oțel carbon cu 0,40% C_{med} , aliat cu vanadiu ($\approx 0,15\%$) și azot ($\approx 0,02\%$), simbolizat prin OLC 40VN și elaborat la C.O.S. TÂRGOVIȘTE. La acest oțel, răcirea dirijată după forjarea de la 950°C asigură o structură perlitică uniformă, iar caracteristicile mecanice obținute au o distribuție uniformă în toată secțiunea piesei, fiind superioare cu 10-30% celor rezultate la piesele din OLC 40, tratate termic [8].

De asemenea, comportarea pieselor executate din OLC 40VN la solicitări variabile este, în majoritatea cazurilor, superioară celei a pieselor identice realizate din oțeluri aliate, deoarece la noul oțel nu se generează tensiunile interne care apar în piesele din oțeluri aliate supuse îmbunătățirii, conducând astfel la o economie importantă de oțeluri aliate.

În același sens, piesele din OLC 40VN supuse nitrurării ionice la 480-520°C, timp de 18h și-au sporit durabilitatea datorită durtății superficiale de peste 1000 HV_{0,1} și grosimii stratului de 0,4-0,5 mm. De exemplu, cilindrii de laminor executați din acest oțel și nitrurați ionic au prezentat durabilități comparabile cu cele ale cilindrilor din oțel înalt aliat (165VMoCr120) [9].

Utilizarea acestui oțel economic este recomandată, în special, pentru producția de serie mare și de masă.

Societatea franceză NITRUVID a elaborat și ea un oțel special pentru nitrurare ionică, denumit NITRAPS [10], la care nivelul de duritate a atins valori de peste 1500 HV (fig.1.1), cu mult peste durtățile obținute la oțelurile obișnuite (de îmbunătățire) pentru nitrurare (de ex., de 2,5 ori față de 35CD4).

Alte avantaje oferite de oțelul NITRAPS în urma nitrurării ionice sunt: aşchiabilitate îmbunătățită, sudabilitate, stabilitate geometrică și dimensională perfecte și o bună rezistență la coroziune.

În acest paragraf se prezintă, aşadar, caracteristicile stratului nitrurat ionic și comportarea la diferite solicitări a piese-

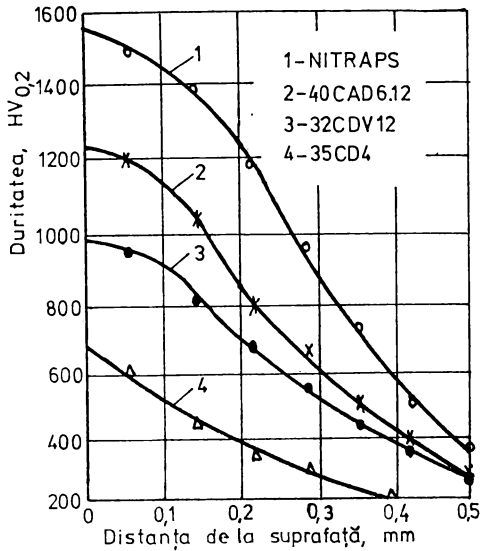


Fig.1.1. Curbe comparative de duritate [10].

lor tratate, comparativ mai ales cu cele obținute prin nitrurarea gazoasă, rezultate extrase, îndeosebi, din lucrări de specialitate străine, în timp ce în cap.3, 4 și 5 sunt redată rezultatele cercetărilor proprii referitoare la nitrurarea ionică a unor oțeluri aliate pentru construcții mecanice și pentru scule, comparativ cu starea antenitrurată (îmbunătățită, recoaptă sau normalizată).

În principal, experimentele au urmărit creșterea durabilității organelor de mașini și a sculelor prin intermediul durității, grosimii și stării de tensiuni

ale stratului nitrurat, la anumite valori determinate în funcție de parametrii de bază ai procesului de nitrurare ionică (temperatura, durata și compoziția atmosferei de nitrurare), astfel încât ele să răspundă solicitărilor la care sunt supuse piesele (sculele).

Câteva exemple de aplicații industriale ale nitrurării ionice efectuate de firma NITRUID [10] sunt redată în continuare:

- camele executate din 30NCD16 au atins durități de până la 800 HV și grosimi de până la 0,6 mm;

- arborele cotit al unei pompe hidraulice supus nitrurării ionice în locul carburării (cementării) a obținut rezistență la uzare și coeficient de frecare considerabil îmbunătățite, precum și rezistență la oboseală sporită; în plus, prețul de cost al piesei a scăzut cu 25% în raport cu aceeași piesă carburată;

- arborii de transmitere a puterii în diferite angrenaje, conform tehnologiei clasice, erau supuși carburării și necesitau 32 operații de prelucrare; utilizând nitrurarea ionică s-a permis realizarea acestor piese în numai 19 operații, deci o reducere a costului de fabricație cu 40%;

- pinioanele cu dantură elicoidală pentru motoarele navale,

prin nitrurare ionică, au avut un preț de tratament inferior celui rezultat prin nitrurare gazoasă, datorita îndeosebi duratei reduse.

În fig.1.2 sunt redade gradientele de duritate obținute după nitrurarea ionică a unor oțeluri de producție franceză, destinate matrițelor de prelucrat la cald, iar în fig.1.3 - evoluția grosimii stratului nitrurat în funcție de durata procesului, pentru aceleași oțeluri [11].

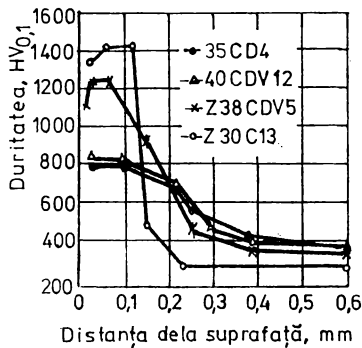


Fig.1.2. Gradientul de duritate în adâncimea de nitrurare [11].

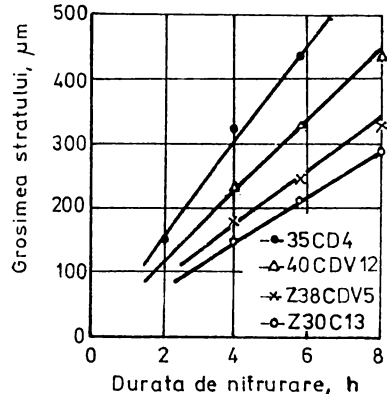


Fig.1.3. Variația grosimii stratului nitrurat ionic în funcție de durată [11].

Duritățile maxime obținute sunt cuprinse între 800 și 1400 HV_{0,1}, ele fiind cu atât mai ridicate cu cât cantitatea de elemente de aliere, în speță de crom, este mai mare.

Grosimea stratului nitrurat ionic, frecvent, se situează între 0,1 și 0,5 mm, ea depinzând, în principal, de durata de nitrurare și de compoziția oțelului.

Rămânând tot în domeniul sculelor de prelucrat la cald (matrițe pentru injectare mase plastice, pentru turnare sub presiune, pentru extrudare și forjare), trebuie precizat că, în timpul funcționării, ele sunt supuse unor solicitări ridicate în ceea ce privește temperatura, tenacitatea, rezistența la uzare, stabilitatea termică și sensibilitatea de fisurare la cald. Îmbinarea armonioasă a proprietăților enumerate o realizează tocmai nitrurarea ionică, datorită unei morfologii corespunzătoare a stratului nitrurat (strat de combinații foarte subțire, alcătuit din faza γ' , și strat de difuzie de 0,2...0,3 mm) și unei durități relativ ridicate.

Oțelul special X40CrMoV5.1 nitrurat ionic la 540°C, timp de 16 h a obținut o duritate superficială de cca 1000 HV_{0,1} și o grosime a stratului de 0,26 mm [12].

În fig.1.4 se prezintă comportarea la uzare a unor duze uti-

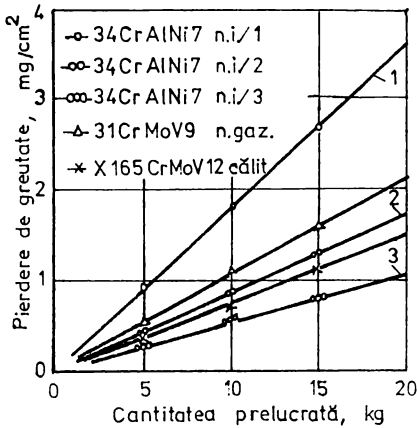


Fig.1.4. Comportarea la uzare a unor duze de injectare executate din diverse materiale, în funcție de tratamentul aplicat [13].

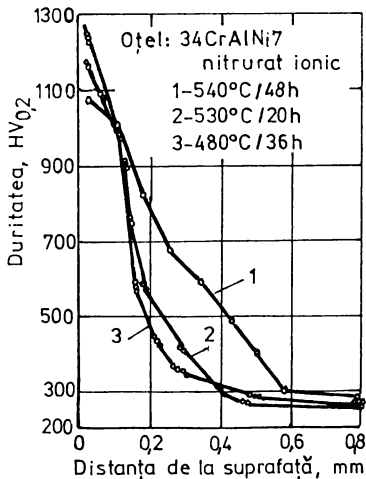


Fig.1.5. Variația durității în adâncime la oțelul 34CrAlNi7, pentru diferite regimuri de nitrurare ionică [13].

lizate la injectarea materialului Styrol-Acrylnitril (SAN) cu 35% fibre de sticlă, duze executate din oțelurile 34CrAlNi7 nitrurat ionic (1-540°C/48 h; 2-530°C/20 h; 3-480°C/36 h), 31CrMoV9 nitrurat în gaz și X165CrMoV12 călit. Din diagramă se observă că cea mai bună rezistență la uzare o prezintă oțelul 34CrAlNi7 nitrurat ionic după regimul 3, deoarece acesta a condus la cea mai mare duritate (fig.1.5), comparativ cu celelalte două

regimuri și, respectiv, față de celelalte stări de tratament (nitrurare gazoasă și călire) [13].

Nitrurarea ionică se pretează foarte bine și la sculele pentru prelucrare la rece, atât prin deformare plastică (ambutisare, îndoire, tragere, laminare etc.), cât și prin decupare și perforare. Aceste scule sunt solicitate intens la presiune și la uzare, precum și la șocuri.

Rezistență la presiune relativ ridicată a acestor scule se obține prin tratamentul clasic de călire urmată de revenire joasă, creșterea însă a acesteia și a durității (rezistenței la uzare) realizându-se numai prin nitrura-

re ionică, deoarece prin nitrurare gazoasă la 500-550°C scade foarte mult duritatea miezului, respectiv rezistența mecanică a acestuia, deci și rezistența la presiune a stratului. Același lucru se întâmplă și la nitrurarea ionică la temperaturi de 520°C și 550°C

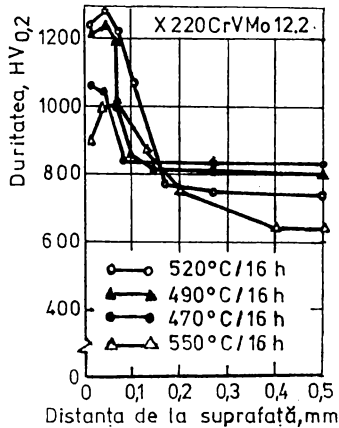


Fig.1.6. Variația durității în adâncime pentru diferite regi-muri de nitrurare ionică a oțelului X220CrVMo12.2 [14].

(fig.1.6) [14]. Deci, temperaturile optime de nitrurare sunt cele de 470 și 490°C, temperaturi la care duritatea miezului nu este diminuată (810-820 HV_{0,2}), iar cea superficială are valori ridicate (1050-1280 HV_{0,2}), crescând astfel rezistența la uzare a sculelor ce lucrează la rece și scăzând probabilitatea de depunere pe tăiș, în cazul sculelor de tăiere.

Creșterea de volum în urma nitrurării ionice este foarte redusă (4-8 μm), creștere ce se încadrează însă în câmpul de toleranță al părții active a sculei.

Calitatea suprafețelor nitrurate ionic este corespunzătoare, chiar mai bună față de cea antrenitrurare (starea rectificată), ca urmare a pulverizării catodice, respectiv a bombardamentului cu ioni, care conduce la nivelarea asperităților prin distrugerea vârfulurilor acestora (ipoteză dezvoltată în cap.3), părțile active putându-se monta direct în sculele aferente, fără nici o prelucrare ulterioară (unul dintre marile avantaje ale nitrurării ionice).

În lucrarea [15] se prezintă câteva rezultate privind comportarea melcilor pentru transmisii melcate intens solicitate, nitrurați ionic, fiind executați din oțelul slab aliat și cu conținut scăzut de carbon, 16MnCr5.

Valorile de rezistență mecanică obținute după nitrurare comparativ cu starea antrenitrurare reliefează o creștere doar a limitei tehnice de curgere ($R_{p0,2}$) cu 13,5% (de la 370 N/mm² la 420 N/mm²), rezistența la rupere prin tracțiune (R_m) rămânând nemodificată (630 N/mm²). Plasticitatea materialului marchează o scădere importantă, respectiv alungirea (A) cu 37,5%, iar gătuirea (Z) cu 60%.

În schimb, duritatea stratului nitrurat ionic înregistrează o creștere cu 290%, de la 192 HV₃ la 750 HV₃, respectiv mărirea rezistenței la uzare de cca 3,7 ori.

Din exemplele prezentate până acum reiese, într-o oarecare măsură, superioritatea nitrurării ionice față de nitrurarea clasică (nitrurarea gazoasă).

Autorul consideră că nitrurarea în mediu solid (de ex., în pulbere de cianamidă de calciu) și nitrurarea în mediu lichid (de ex., în soluție pe bază de cianură de potasiu-KCN) nu constituie o nitrurare propriu-zisă, deoarece mediul activ conține, pe lângă azot, și carbon, rezultând numai carbonitruri în stratul superficial (tab.1.1, [12]), ale căror proprietăți sunt net inferioare proprietăților nitrurilor prezente în structură după nitrurarea ionică și cea gazoasă, deci ele sunt practic carbonitrurări. Deși în literatura de specialitate străină și autohtonă se fac adesea referiri și la cele două procedee, respectiv la proprietățile obținute, care de altfel sunt mai scăzute, autorul prezintă în continuare comparații calitative doar între nitrurarea ionică și nitrurarea gazoasă.

Tabelul 1.1. Elemente de comparare a procedeelelor de nitrurare [12].

Procedeele de nitrurare	Nitrurarea în mediu solid	Nitrurarea în mediu lichid	Nitrurarea gazoasă	Nitrurarea ionică
Intervalul de temperatură	470-570°C	565-590°C	510-600°C	400-600°C
Durata tratamentului	3 - 7 h	10 min.-6 h	6 - 90 h	10 min.-30h
Structura stratului: a) zona de combinație	ϵ - Fe _{2,3} N (Fe _{2,3} C _x N _y)	ϵ - Fe _{2,3} N (Fe _{2,3} C _x N _y)	bifazică: γ' - Fe ₄ N + ϵ - Fe _{2,3} N	γ' - Fe ₄ N
b) zona de difuzie:	soluție α + carbonitruri	soluție α + carbonitruri	soluție α' + nitruri (carbonitruri)	soluție α + nitruri
Absența stratului de combin.	nu	nu	da (dificil)	da

Grosimea stratului de combinație	reglabilă în funcție de timp (t) (3-30 μm)	reglabilă în funcție de timp (3-30 μm)	în funcție de T, t și compoziția atmosferei (2-25 μm)	în funcție de T, t și compoziția atmosferei (0-10 μm)
Adâncimea de difuzie	limitată	limitată	în funcție de T, t, oțel	în funcție de T, t, oțel
Protecția anticorozivă	rea	rea	potrivită	bună
Aspectul exterior	potrivit	potrivit	bun	foarte bun
Influența asupra morfologiei pieselor	neglijabilă	neglijabilă	moderată	considerabilă
Controlul procesului	foarte ușor	foarte ușor	controlul T și debitului de gaz	dificultăți legate de forma piesei

În fig.1.7 se prezintă variația durtății în adâncimea de nitrurare a oțelului 16 MnCr 5 [12], nitrurat ionic (curba 1) și în gaz (curba 2). Se observă că duritatea este maximă după nitrurarea ionică (se obține în zona de combinație faza γ' , mai dură)

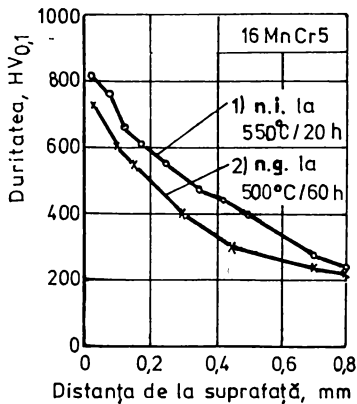


Fig.1.7. Variația durtății în adâncime, la oțelul 16MnCr5, nitrurat ionic și în gaz [12].

și că grosimea zonei de difuzie este mai mare după nitrurarea ionică decât cea obținută după nitrurarea gazoasă, datorită temperaturii de regim mai mare (550°C față de numai 500°C), care accelerează difuzia azotului în adâncime.

Grosimea și duritatea zonei de difuzie depind și de conținutul elementelor de aliere din material, în aceleași condiții de nitrurare (aceeași temperatură și aceeași durată de nitrurare). Astfel, cu creșterea gradului de aliere, grosimea stratului nitrurat scade, elementele frânând difuzia azotului în adâncime, iar duritatea crește datorită afinității, îndeosebi, Al, Ti, Cr, Mo, V pentru azot și

formării unor combinații chimice (nitruri) dure. În acest sens, curbele prezentate în fig.8 și fig.9 sunt edificatoare.

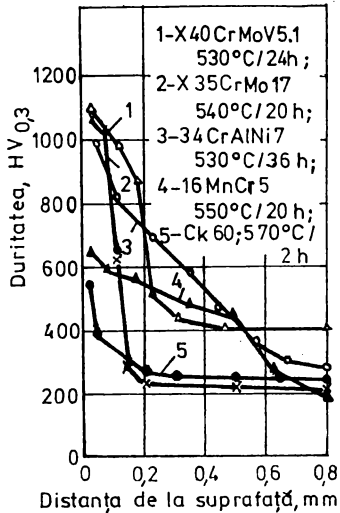


Fig.1.8. Curbe de variație a durității pentru diverse oțeluri nitrurate ionic [16].

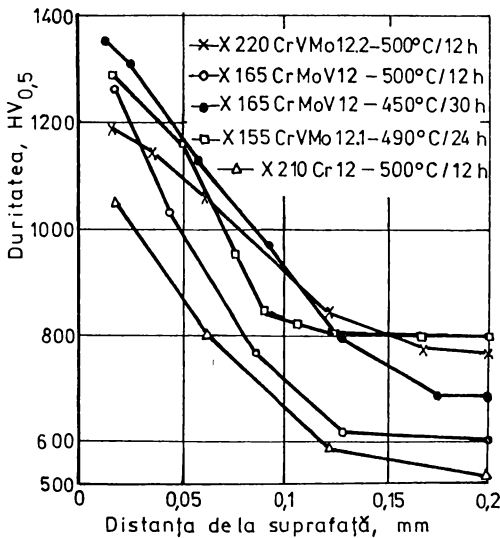


Fig.1.9. Variația durității oțelurilor cu 12% Cr nitrurate ionic [17]

X165 CrMoV 12, de la 0,09 mm după 12 h, la 0,15 mm după 30 h).

Analizând figurile, se remarcă creșterea durității de 2 ori a oțelurilor complex aliate pentru construcții mecanice (X35CrMo17, X40CrMoV5.1, 34CrAlNi7) comparativ cu oțelul carbon (Ck 60) și de peste 1,5 ori decât oțelul cu conținut scăzut de carbon și slab aliat (16MnCr5), dar și o diminuare substanțială a grosimii stratului nitrurat (de la 0,6 mm, la oțelul 16MnCr5, la 0,15 mm, în cazul oțelului X35CrMo17), pentru o menținere de 20 h la temperaturi de 540-550°C (fig.1.8) [16].

La oțelurile înalt aliate cu Cr (12%), folosite pentru execuția elementelor active ale sculelor pentru

deformare plastică la rece sau a sculelor așchietoare, creșterea de duritate este și mai semnificativă (până aproape de 1400 HV_{0,5}), cea mai mică duritate obținută în suprafață fiind peste 1000 HV_{0,5} (fig. 1.9), în cazul oțelului aliat numai cu crom [17]. Referitor la adâncimea de nitrurare se face, mai întâi, precizarea că ea este mult mai mică decât la oțelurile pentru construcții mecanice (sub 0,15 mm), iar, în al doilea rând, ea crește cu creșterea duratei de menținere (la oțelul

Și în țara noastră, cercetătorii și specialiștii din industrie au implementat în producție tratamentul de nitrurare ionică, încă din anul 1978, aplicându-l diverselor piese și scule din producția curentă a unor unități industriale. Astfel, în lucrarea [18] se prezintă rezultatele obținute în urma nitrurării ionice aplicate unor componente ale motoarelor ROMAN-DIESEL (pinion arbore cotit, pinion de antrenare pompă de ulei, pinion intermediar de la pompa de ulei și arbore pinion), executate din oțelul OLC 45X. Caracteristicile stratului nitrurat la 560-600°C/2-6h au fost: $\delta=0,13-0,29$ mm, $H=360-530$ HV_{0,05}. Autorii lucrării [19] arată că frezele melc și pentru danturat executate din Rp 5, având 1300-1370 HV_{0,1}/ 0,06-0,15 mm, și plăcile active ale unor matrițe executate din X37CrMoW5.1 și X30WCrV9.3, având aceeași duritate ca frezele și $\delta=0,35-0,50$ mm, au obținut, prin nitrurare ionică, o creștere a durabilității cu 310-320% (frezele) și, respectiv, cu 690 și 920%, matrițele. La întreprinderea "23 August" din București [20], aplicându-se nitrurarea în plasmă unor piese, s-au obținut următoarele rezultate:

- **bolt piston**, executat din 31MoCrV9, nitrurat la 540-550°C timp de 24h și la o presiune a gazului de lucru (amoniac disociat) de 4 torr, a prezentat $\delta=0,35-0,45$ mm și 860-950 HV_{0,1};

- **bolt cap cruce**, din 38MoCrAl09, nitrurat la 550°C/20h/4torr $\delta=0,46$ mm și 927 HV_{0,1};

- **pistoane și cilindri**, din 18MnCr10, pentru regimul de nitrurare de 550°C/24h/4torr au avut $\delta=0,35-0,55$ mm și 750-850 HV_{0,1}.

Cercetătorii de la IFTAR București [21], în colaborare cu producția, au obținut cu ajutorul instalațiilor INI următoarele caracteristici ale stratului nitrurat ionic al unor piese și scule:

- **rotori de pompe** (AVERSA București), executați din oțel inoxidabil austenitic cu 18% Cr și 8% Ni și nitrurați la 550°C/20h, au prezentat o creștere a durității de până la 1300 HV_{0,05} și o grosime de 0,2 mm;

- **piese din producția curentă a întreprinderii ELECTROPUTERE Craiova**, nitrurate la 520°C/12h, au avut caracteristicile: cele din oțel OT 40, 445 HV, și 0,7-0,8 mm, cele din oțel VCW 85, 810-965 HV, și 0,25 mm, iar cele executate din oțelul 38MoCrAl09, 905 HV, și $\delta=0,27$ mm. Se observă că duritatea crește, iar grosimea stratului nitrurat ionic scade cu creșterea gradului de aliere al oțelului.

Întreprinderea de Autoturisme din Pitești aplică nitrurarea ionică, începând din anul 1982 [22], pe o instalație INI-70, **matrițelor pentru forjare și turnare sub presiune și diverselor piese din construcția mașinilor-unelte**. Matrițele pentru forjare și turnare sub presiune, executate din oțelul MoWC 53, supuse nitrurării la 520°C timp de 24 ore, au prezentat o grosime de 0,2 mm și o duritate de peste 1100 HV₂, durabilitatea lor crescând cu peste 50% față de starea nenitrurată.

Pistoanele și cămășile de la pompele de adâncime pentru extracția petrolului, aduse din import până în anul 1983 cu mari eforturi valutare de către Trustul Petrolului din Pitești, au fost supuse nitrurării ionice, obținându-se caracteristici ale stratului superioare celor existente la produsele importate, fapt ce a condus la eliminarea importului acestora. Astfel, pistoanele executate din țevă din oțel OLT 65, nitrurate ionic la 510°C/20h/3,5torr, șarja fiind formată din 15 buc., au prezentat durități cuprinse în intervalul 500-580 HV_{0,2} și grosimi ale stratului de 0,35-0,45 mm, iar cămășile fabricate din fontă cenușie, formând o șarjă de 45 buc. și nitrurate la 500°C/22h/4torr, au avut durități de 430-460 HV_{0,2} și grosimi de 0,30-0,35 mm, caracteristici care au condus la creșterea duratei de funcționare a pompelor de peste 3 ori, [23].

În lucrarea [24] se prezintă tabelar cele mai reprezentative repere (din totalul celor peste 100) din industriile constructoare de mașini, metalurgică, chimică, ușoară etc., pentru care IFTAR București a elaborat tehnologii de nitrurare ionică. Dintre acestea unele au ridicat probleme deosebite, cum ar fi arborii cotiți de la motoarele diesel (licență ALCO), având în vedere complexitatea și gabaritele lor, precum și caracteristicile stratului nitrurat, impuse prin documentație (minim 490 HV_{0,5} în suprafață, min. 390 HV, la 0,4 mm). Regimul optim de nitrurare: 530°C/60 h/2,6-3,0 torr.

Asemenea exemple pot fi relatate pe mai departe, evidențiindu-se astfel extinderea la scară industrială a acestui tratament termochimic neconvențional de nitrurare ionică (în plasmă). Rezultatele prezentate în capitolele 3, 4, 5 vin să întărească ideea de mai înainte, prin reținerea unor nete avantaje pe care le posedă nitrurarea ionică față de nitrurarea gazoasă și față de alte tratamente de suprafață, avantaje pentru care ea este preferată.

1.2. Instalații industriale pentru nitrurare ionică

În funcție de mărimea șarjei și de solicitările mecanice survenite în timpul șarjării și deșarjării, firmele producătoare de utilaje au construit și lansat pe piață diferite tipodimensiuni de instalații de nitrurare ionică, având puteri care variază de la zeci de kW la sute de kW.

În continuare, se prezintă succint caracteristici de gabarit și electrice, precum și particularități constructive și funcționale ale câtorva instalații străine și ale celor indigene.

1.2.1. Instalații produse de firme străine

Pentru realizarea descărcării luminescente anormale (detalii în capitolul 2), specifică nitrurării ionice (în plasmă), instalația aferentă trebuie să cuprindă, principial, următoarele sisteme: sistemul de alimentare cu energie electrică (catodul descărcării îl constituie piesa-șarja supusă nitrurării, iar anodul este retina instalației), sistemul de vidare, sistemul de dozare și alimentare cu gaz de lucru și sistemul de reglare automată a parametrilor tehnologici ai procesului. În fig.1.10 este reprezentată schema bloc a unei instalații de nitrurare ionică [17].

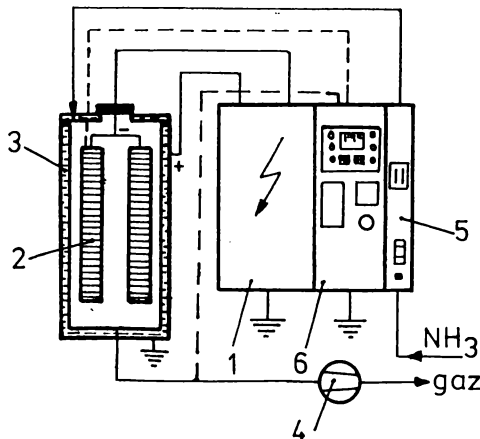


Fig.1.10. Schema bloc a instalației de nitrurare ionică [17].

- 1-sursa de alimentare;
- 2-catodul descărcării (șarja);
- 3-anodul (retorta instalației);
- 4-pompa de vidare preliminară;
- 5-disociatorul termic;
- 6-panoul de comandă.

În tabelul 1.2 se prezintă gama de instalații de nitrurare ionică produse de firma Klöckner (Germania), în fig.1.11 părțile

componente ale retortelor instalațiilor, iar în tabelul 1.3 combinațiile posibile între acestea și echipamentele de schimb [25].

Tabelul 1.2. Tipo-dimensiuni de retorte ale instalațiilor de nitrurare ionică produse de firma Klöckner [25].

Tipul retortei instalației	Dimensiuni de gabarit [mm]		Dimensiuni utile [mm]	
	Diametrul	Înălțimea	Diametrul	Înălțimea
H 750/1500	870	2270	750	1500
H 1250/1500	1370	2470	1250	1500
H 1250/2500	1370	3460	1250	2500
H 1950/2500	2080	3560	1950	2500
K 750/1500	870	2060	750	1500
K 750/3000	870	3560	750	3000
KT 1250/1500	1370	3020	1250	1500
KT 1250/3000	1370	4520	1250	3000
S 750/3000	870	3560	750	3000
S 750/4500	870	5060	750	4500
S 750/6000	870	6560	750	6000
S 750/7500	870	8060	750	7500
ST 1250/3000	1370	4520	1250	3000
ST 1250/4500	1370	5920	1250	4500
ST 1250/6000	1370	7520	1250	6000
ST 1250/7500	1370	8920	1250	7500

Observând cu atenție figura, se remarcă sistemul de răcire printr-o țevă sub formă de serpentină, care este aplicată la exteriorul retortei, reducându-se astfel consumul mare de oțel inoxidabil față de variantele cu răcire între pereți dubli, existente la toate celelalte instalații produse în lume.

Ultimele generații de instalații de nitrurare ionică sunt dotate cu microprocesoare, care permit efectuarea unui număr mare de regimuri de tratament, parametrii tehnologici (temperatura, durata, compoziția și presiunea gazului de lucru) fiind reglați automat, și fac posibilă deservirea mai multor instalații de către un singur operator. În fig.1.12 este redată schema de principiu a unei insta-

lații moderne de nitrurare ionică [25], de tip Klöckner.

În țara noastră funcționează cca 10 instalații de nitrurare ionică fabricate de firma KLÖCKNER IONON GmbH.

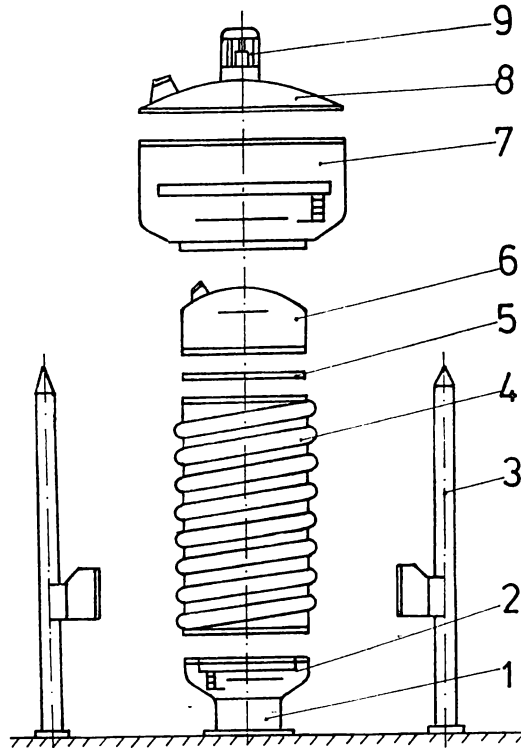


Fig.1.11. Părțile componente ale retortei instalațiilor de tip Klöckner: 1-suport; 2-șarjă; 3-bare de ghidare pentru dispozitivul de ridicat; 4-retortă; 5-capac (plan); 6-capac; 7-cilindru cav ; 8-capac; 9-ventilator[25].

Tabelul 1.3

Tipul retortei	Diame- trul(mm)	Combinatii posibile									Echip.de sch.			
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	3	7	8	9
H	750	x	x	x	x	-	x	-	-	-	-	-	-	x
	1250	x	x	x	x	-	x	-	-	-	-	-	-	x
	1950	x	x	x	x	-	x	-	-	-	-	-	-	x
K	750	x	x	x	x	x	-	-	-	-	x	x	x	x
KT	1250	x	x	x	x	-	-	x	x	-	-	-	-	x
S	750	x	x	-	x	x	-	-	-	-	-	x	x	x
ST	1250	x	x	-	x	-	-	x	x	-	-	-	-	x

În continuare, trecând la alte firme, se prezintă principalele tipuri de instalații de nitrurare ionică fabricate de firma VNIIE TO (RUSIA), în tabelul 1.4, iar în fig.1.13 este redată schema de principiu a unei instalații de nitrurare ionică de tip OKB, cu două camere [27].

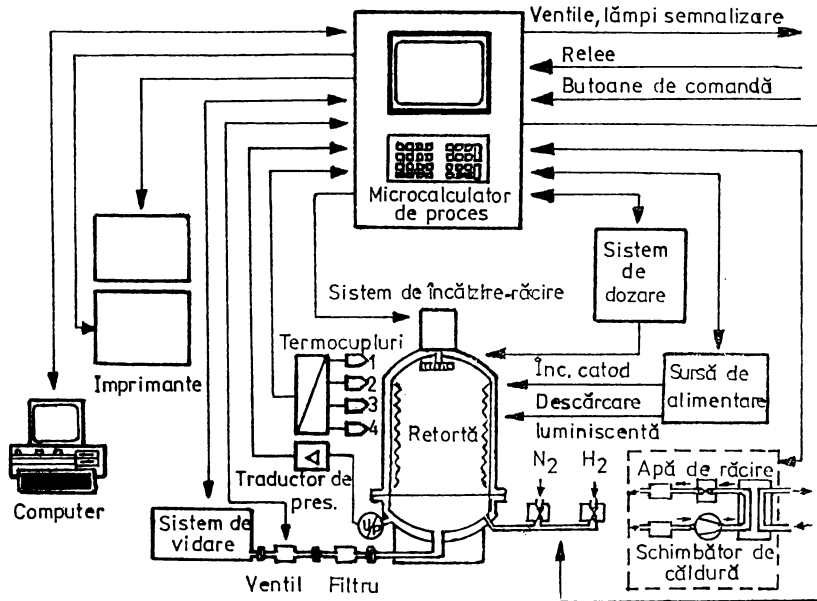


Fig.1.12. Schema bloc a unei instalații Klöckner complet automatizată [26].

Tabelul 1.4. Gama instalațiilor fabricate de firma VNIIE TO [27].

Tipuri de instalații Caracteristici	NGB	OKB	NSV-1	NSV-2	
Puterea instalată, în kW	67	170	650	650	
Tensiunea de alimentare, în V	380	380	6000 sau 10000	6000 sau 10000	
Dimensiunile spațiului de lucru, în mm	D H	600 600	900 1200/2400	2000 2400	2800 700
Nr. camere încălzire, buc.	1	2	1	2	
Masa încărcăturii, în kg	50	500	2500	1000	

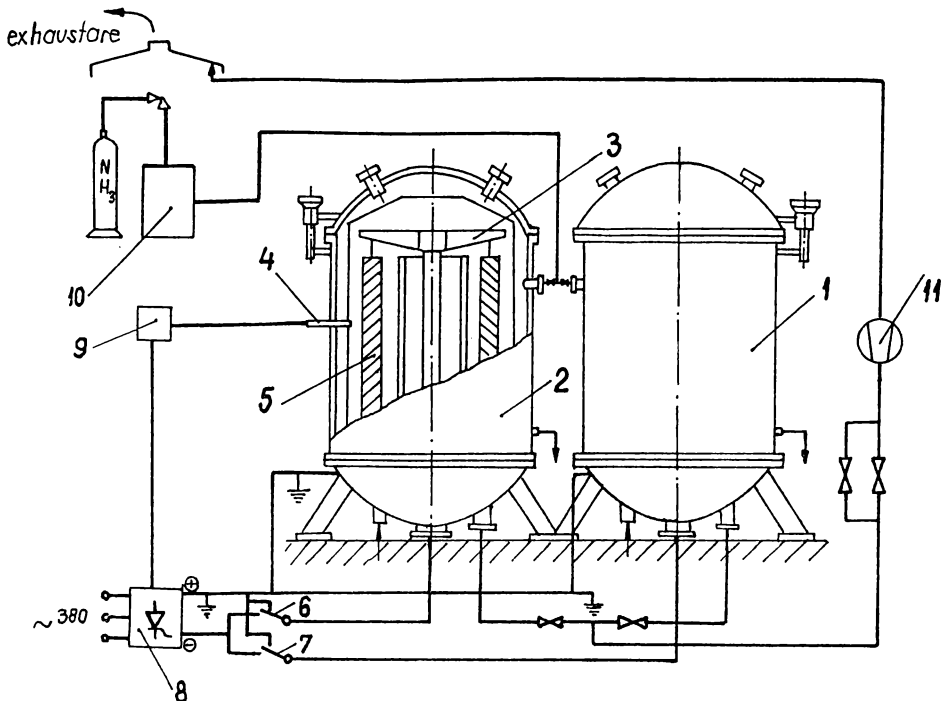


Fig.1.13. Schema de principiu a instalației tip OKB: 1;2-retorte 3-dispozitiv fixat piese; 4-termocuplu; 5-șarjă; 6;7-separatoare 8-sursă de alimentare; 9-bloc de măsurare și reglare a temperaturii; 10-disociator; 11-pompă vid[27].

Dacă la acest tip de instalație, ca și la cele românești, piesele se suspendă, prin intermediul dispozitivului, de catozii amplasați la partea superioară a retortei, în cazul instalației produse de firma franceză Compagnie des Fours Industriels [28] piesele (2) se așază (fig.1.14) pe catozii (4) montați la partea inferioară a retortei, anodul descărcării constituindu-l ecranele termice (7), care sunt solidare cu anozii propriu-ziși (5), fixați în capacul retortei. Se reține, de asemenea, prezența rezistoarelor de încălzire (3) (soluție proprie instalațiilor de carburare ionică, unde este nevoie de temperaturi mai înalte decât la nitrurare), care asigură o temperatură mai uniformă în șarja de nitrurare și posibilități de variere a celorlalți parametri, independent de temperatură, deci un mare avantaj. Pompa de vid (1) este montată pe izolația (6) a instalației, care constituie, de fapt, capacul retortei

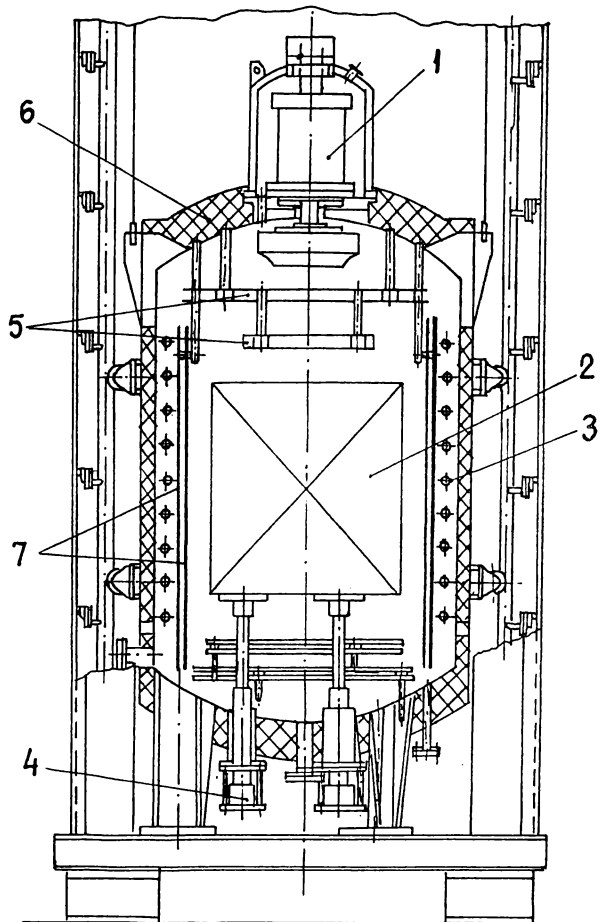


Fig.1.14. Instalația de nitrurare ionică tip CFI (FRANȚA) [28].

În ultimul timp, pe piața mondială de instalații de nitrurare ionică își fac loc tot mai mult alte două firme franceze: NITRUVID, cu sediul central în Paris, care mai fabrică și instalații pentru implantare ionică (P.V.D.) și cuptoare cu vid, și PLASMA METAL S.A.

Plecând de la inconvenientele retortelor cu pereți reci (consumul energetic mai ridicat, omogenizarea temperaturii șarjei mai

dificil de realizat, încălzirea cu plasmă nu este uniformă pe piese cu geometrii diferite), firma NITRUVID construiește retorte cu pereți calzi izolați (economie de consum de energie electrică cu 30%) și retorte cu încălzire adițională, fie prin convecție, fie prin radiație (fig.1.15) [10], de la sursa de alimentare (2).

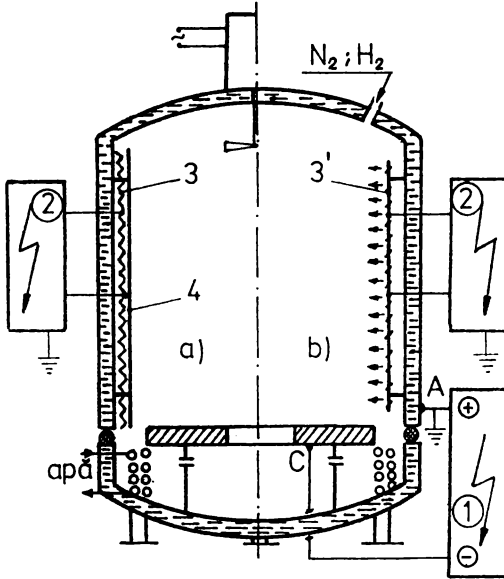


Fig.1.15. Schema retortei cu încălzire adițională [10].

Prima tehnologie constă în utilizarea încălzirii prin convecție. În timpul primei faze a ciclului, încălzirea șarjei este asigurată de un gaz neutru prin convecție forțată, care preia căldura de la rezistoarele (3), protejate de ecranele (4), fig.1.15a. După atingerea temperaturii de nitrurare, se face cât mai repede vid în retortă și se aplică plasma (sursa de ionizare-1) pentru a realiza tratamentul termochimic propriu-zis. Această teh-

nologie permite obținerea unor temperaturi de nitrurare mai omogene, indiferent de mărimea șarjei. Pentru cicluri scurte, se pot trata șarje formate din piese cu geometrii și de natură diferite.

A doua tehnologie constă în utilizarea unei încălziri adiționale prin radiație (fig.1.15b), soluție mai avantajoasă față de încălzirea prin convecție, deoarece are posibilitatea să mențină încălzirea prin radiație, simultan cu încălzirea cu plasmă. Se poate, de asemenea, lucrând cu plasmă de putere constantă, regla separat temperatura prin intermediul rezistoarelor (3'), ceea ce permite o foarte bună omogenizare a temperaturii în toată șarja.

Răcirea șarjei la prima tehnologie se realizează rapid, introducând gaz de lucru, iar la cea de a doua tehnologie se face lent în vid.

1.2.2. Instalații de producție indigenă

1.2.2.1. Instalații tip "INI" (IFTAR București)

Avantajele multiple pe care le prezintă nitruarea ionică explică interesul din ce în ce mai mare și al specialiștilor din țara noastră față de acest modern și eficient procedeu de durificare superficială și, respectiv, față de fiabilitatea instalațiilor aferente.

La mijlocul anului 1975, la IFTAR București a fost realizat un model experimental de instalație cu o putere de 30 kW, cu ajutorul căreia s-au efectuat operații de nitruare ionică, obținându-se caracteristici ale stratului la valori comparabile cu cele publicate în literatura de specialitate.

Din anul 1982 a început fabricația de serie a instalațiilor de nitruare ionică de 70 și 150 kW, notate INI-70 și, respectiv, INI-150, în ultimii ani executându-se și instalații de puteri mari, INI-300 și INI-450, în variante constructive tip "puț" și "clopot".

Instalațiilor din ultima generație li s-au adus îmbunătățiri importante privind stingerea forțată a descărcării în cazul atingerii unui prag maxim al curentului, valoare creată în timpul tranziției descărcării luminescente anormale către descărcarea în arc, precum și realizarea buclei de reglaj automat a presiunii din reortă la valoarea prestabilită. De asemenea, funcționarea instalațiilor din ultima generație este realizată pe bază de programe de calculator prestabilite. Minicalculatorul de proces conține 99 de programe, putând să echipeze și instalațiile mai vechi.

În fig.1.16 se prezintă o variantă de instalație tip INI-150, cu recipienti sub formă de puț, adică piesele sunt suspendate de catodii din capacul acestora. Recipientul R_1 este de tip modulată (înseriat) și cuplat în paralel cu R_2 la grupul de vidare (GV). Recipientii tip "puț" pot fi înlocuiți cu recipienti tip "clopot", în funcție de forma și dimensiunile pieselor, care se așază pe catodii dispuși la partea inferioară a recipientilor. În tabelul 1.5 sunt precizate tipurile de recipienti, forma "puț", tip INI [29].

Echipamentul electric cuprinde dulapurile variator (Dv), de comandă și măsură (Dc), disociator (Dd) și transformatorul (Tr).

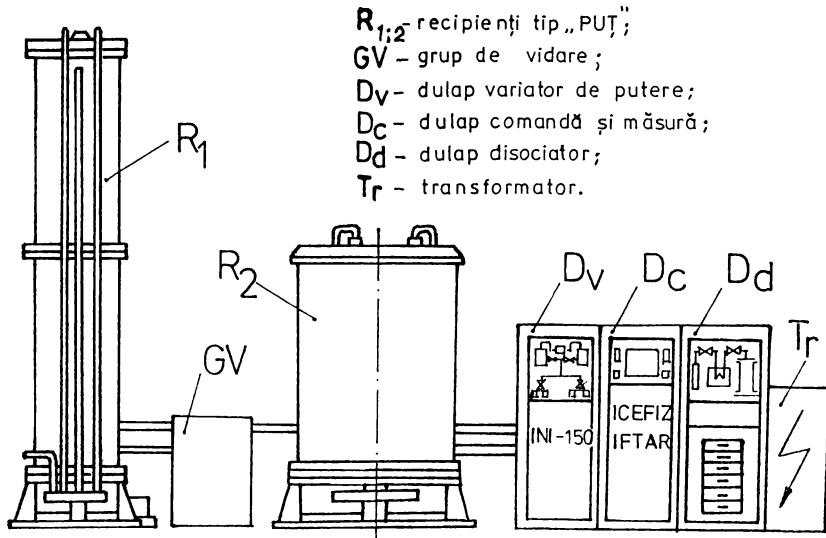


Fig.1.16. Varianta constructivă a instalației INI-150 [29].

Tabelul 1.5. Tipuri și dimensiuni de recipiente tip INI [29].

Tipul recipientului	Dimensiunile de gabarit		Dimensiunile utile	
	D [mm]	H [mm]	D [mm]	H [mm]
R 0,6/0,8	650	800	450	530
R 0,8/2,0	880	2000	650	1500
	880	2000	650	2000
R 0,8/4,0	880	4000	650	3490
	880	4000	650	4000
R 0,8/5,0	880	5000	650	4470
	880	5000	650	5000
R 1,5/2,0	1610	2000	1300	1490
	1610	2000	1300	2000
R 1,5/2,5	1610	2600	1300	2000
R 3,0/2,0	2915	2500	1910	1000

1.2.2.2. Instalații tip "NITRION" (Metalotehnica Tg-Mureș)

În anul 1977, la Centrul de Cercetare de pe lângă întreprinderea Metalotehnica s-a realizat o primă instalație de laborator cu o putere de 10 kW. În următorii ani, specialiștii centrului au perfecționat respectiva instalație, realizând una care lucrează în regim semiautomat, la o putere de 15 kW. Un exemplar din "seria zero" a acestor instalații se găsește și în dotarea laboratorului de Tratamente termice al catedrei de S.M.T.T., purtând numele de "NITRION-10" (după denumirea prototipului). Instalația (fig.1.17) se compune din trei părți principale [5], [30]:

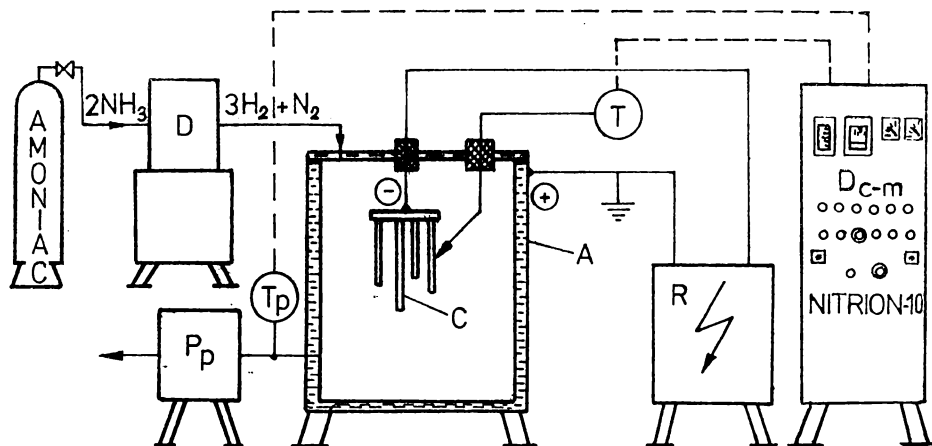


Fig.1.17. Schema instalației "NITRION-10" [5], [30].

A - retorta instalației, care constituie anodul descărcării, este vidată cu ajutorul unei pompe de vid preliminar (Pp) având un debit de 25 m³/h, vidul realizat de cca 10⁻² torr fiind măsurat și înregistrat prin intermediul traductorului de presiune (Tp). Retorta este prevăzută cu două ecrane concentrice din aluminiu, iar capacul ei cu alte două, toate având rolul de a proteja împotriva depunerii de material pulverizat, astfel că ele trebuie curățate periodic. Spațiul de lucru al retortei este de ϕ 400 x 1700 mm.

Piesele (catodul descărcării-C), atent curățate (degresate și decapate), sunt suspendate, direct sau prin intermediul unor

dispozitive, de discul de legătură al celor trei catozi care sunt izolați față de capacul retortei. Greutatea maximă a șarjei este de 300 kg, iar suprafața maximă a acesteia de 0,5 m². Temperatura pieselor se măsoară cu ajutorul termocuplului subminiatură T, tip cromel-alumel, izolat electric față de șarjă printr-o teacă ceramică și față de capacul retortei.

R - sistemul de alimentare cu energie electrică, care este redat, în detaliu, în fig.1.18. Curentul alternativ monofazic trece

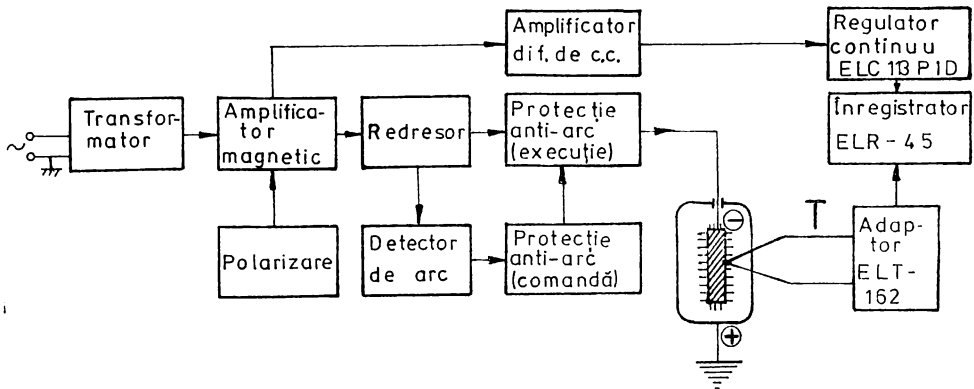


Fig.1.18. Schema bloc a alimentării cu energie electrică [5].

prin transformatorul ridicător de tensiune (500, 750 și 1000 V), intră într-un amplificator magnetic, apoi în redresor este redresat iar curentul continuu pulsator cu frecvența de 100 Hz trece prin circuitul de execuție al protecției anti-arc și se aplică piesei cu polaritate negativă. Detectorul de arc transmite un semnal proporțional cu valoarea instantanee a curentului aplicat la intrarea circuitului de comandă al protecției anti-arc, care compară valoarea instantanee a curentului cu cea prestabilită iar, în caz de depășire, transmite un semnal de oprire a alimentării circuitului de execuție și, după trecerea timpului stabilit, redeclanșează circuitul de execuție al protecției anti-arc [5].

Reglarea automată a temperaturii se face de către regulatorul electronic continuu, ELC 113 PID, care primește un semnal unificat de la termocuplul T prin intermediul adaptorului de temperatură ELT 162, semnalul fiind înregistrat de compensatorul ELR-45. Semnalul

de comandă furnizat de ELC 113 PID se aplică amplificatorului diferențial de curent continuu, care realizează adaptarea dintre regulatorul continuu și amplificatorul magnetic. Acest sistem de reglare a temperaturii permite atingerea unei precizii de $\approx 2^{\circ}\text{C}$.

D - disociatorul de amoniac. Amestecul de azot și hidrogen necesar nitrurării ionice se obține prin descompunerea termică a amoniacului. Disociatorul este alcătuit din: cuptorul propriu-zis, retorta de cracare și aparatura de reglare și măsurare.

1.3. Concluzii

1. Condițiile tehnice și de exploatare ale unor organe de mașini și scule pentru prelucrare la rece și la cald impun utilizarea la scară industrială a nitrurării ionice, deoarece caracteristicile de strat obținute conduc la îmbunătățirea rezistenței la uzare, la oboseală și chiar la coroziune.

2. Caracteristici superioare ale stratului nitrurat ionic se obțin la toate oțelurile aliate, indiferent de conținutul de carbon existent în compoziția acestora.

3. S-au elaborat două oțeluri carbon microaliate pentru nitrurare în plasmă, unul indigen (OLC 40VN) și altul străin (francez -NITRAPS), pe care s-au obținut rezultate remarcabile, comparabile cu cele ale oțelurilor aliate, care pot fi înlocuite în execuție, realizându-se astfel economii importante.

4. Pentru realizarea nitrurării ionice s-au construit, la nivel mondial, două principale variante de instalații (retorte), în ceea ce privește instalarea pieselor: unele de tip "puț" (prin suspendare) și altele de tip "clopot" (prin așezare).

5. Se construiesc retorte și cu încălzire adițională (prin convecție și prin radiație), alături de cea rezultată prin bombardament ionic, crescând astfel productivitatea instalațiilor.

6. Răcirea retortelor se face prin pereți dubli sau prin serpentină.

7. Puterea electrică a instalațiilor variază de la 10 kW la 450 kW, la cele indigene, respectiv până la 650 kW, la cele străine

8. Ultimele generații de instalații (autohtone sau străine) sunt dotate cu calculatoare de proces.

Cap.2. PROCESE FIZICE CARE STAU LA BAZA NITRURĂRII IONICE (ÎN PLASMĂ)

2.1. Noțiuni generale despre plasmă și fizica plasmei

Pentru a înțelege mecanismul și cinetica formării stratului nitrurat ionic, se prezintă mai întâi câteva aspecte legate de cea de-a patra stare de agregare a materiei (plasma), care stă la baza procesului de nitrurare ionică.

Pentru a cunoaște comportarea materiei în starea de agregare numită "plasmă", se menționează că aproximativ 99% din materia universului este în această stare (stelele, materia interstelară, ionosfera, miezul planetei noastre etc.).

Pe lângă aceste plasmă naturale există și plasmă artificiale întâlnite în tuburile de descărcare, în electroliți, în metale, în diferite aplicații tehnice, unde se produc plasmă prin metode termice și electrice.

Ceea ce este comun pentru orice stare de agregare este conceptul de sistem atomic. Trecerea de la starea de agregare solidă, prin stările lichidă și gazoasă, la starea de plasmă se face prin mărirea energiei caracteristice a sistemului.

Microscopic, deci din punct de vedere cinetic, plasma este un sistem de particule neutre, particule încărcate pozitiv și negativ, cuante de radiație și câmpuri electromagnetice într-o continuă interacțiune [3].

Macroscopic (magnetohidrodinamic sau magnetogazodinamic), plasma este un fluid (lichid sau gaz) în care purtătorii de sarcină liberi (ionii și electronii) se află într-un număr suficient de mare pentru a influența substanțial proprietățile mediului [3].

Pentru a putea fi considerată că se află în stare de plasmă, materia trebuie să îndeplinească următoarele condiții:

a) particulele încărcate interacționează prin intermediul câmpurilor electromagnetice;

b) concentrația purtătorilor de sarcină pozitivă, notată cu N_+ (ionii pozitivi), este egală cu cea a purtătorilor de sarcină

negativă, notată cu N (ionii negativi și electronii), această egalitate constituind condiția de cvasineutralitate;

c) dimensiunile volumului plasmei sunt mult mai mari decât lungimea de ecranare Debye a electronilor și ionilor.

Deoarece plasma conține purtători de sarcină liberi, ea este un mediu conductor electric. Curenții electrici din plasmă produc câmpuri magnetice care, la rândul lor, influențează mișcarea purtătorilor de sarcină. Plasma este, în general, un mediu conductor anizotrop, neliniar și dispersiv.

Orice abatere de la starea de cvasineutralitate este înlăturată dacă, într-un anumit loc din plasmă, se creează un surplus de sarcini de un anumit fel, care dă naștere la câmpuri electrostatice intense, restabilind imediat cvasineutralitatea.

Pe distanțe mici, însă, se produc abateri de la starea de cvasineutralitate a plasmei chiar în lipsa unor perturbații externe. Distanța caracteristică ce definește volumul în care are loc abaterea de la cvasineutralitate se numește "lungimea de ecranare Debye".

Plasmele, din punct de vedere al gradului de ionizare, sunt slab și puternic ionizate. În cazul plasmei slab ionizate, interacțiunile dominante dintre particule sunt interacțiuni binare, în timp ce la plasma puternic ionizată interacțiunile dominante dintre particule sunt interacțiunile colective de tip coulombian.

Prin urmare, starea de plasmă este caracterizată printr-o valoare ridicată a energiei medii a particulelor, necesară și suficientă pentru producerea unei concentrații a purtătorilor de sarcină, care să satisfacă criteriul de definiție al plasmei.

În general, mecanismul de producere și menținere a plasmei este ionizarea particulelor neutre prin ciocnirea cu alte particule, electronii, de regulă, fiind cei care provoacă ionizarea. Rolul lor, alături de rolul ionilor pozitivi, este dominant în stabilirea fenomenelor din plasmă. Ionii negativi au un rol minor și există doar dacă energia particulelor ce interacționează este destul de mică.

Parametrii cei mai importanți care caracterizează plasma sunt: lungimea de ecranare Debye, lungimea Landau, coeficienții de difuzie și de mobilitate ai purtătorilor de sarcină, conductivitățile electrică și termică și vâscozitatea plasmei, ei fiind succint definiți în continuare, evidențiindu-se și interconexiunea acestora.

1) Lungimea de ecranare Debye, λ_D

Pentru definirea lungimii de ecranare Debye, se consideră că abaterea de la cvasineutralitate constă în apariția unui strat plan-paralel de sarcină spațială, care conține numai ioni pozitivi (fig.2.1).

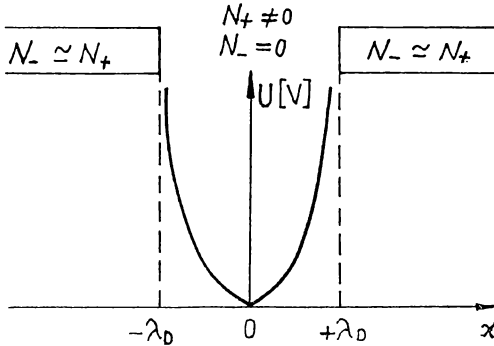


Fig.2.1. Abaterea spațială de la cvasineutralitatea plasmei [3].

în care:

ρ_- este densitatea electronilor;

ϵ_0 - permitivitatea vidului;

e - sarcina.

Ținând seama de condițiile la limită și integrând, se obține:

$$U(x) = \frac{1}{2} \cdot \frac{eN_-}{\epsilon_0} \cdot x^2. \quad (2.2)$$

Așadar, sarcina spațială pozitivă reprezintă pentru electroni o groapă de potențial, $U(x)$, de formă parabolică. În mișcarea lor termică, electronii se pot deplasa în groapa de potențial dacă este satisfăcută relația:

$$eU = -\frac{1}{2} kT_-, \quad (2.3)$$

în care:

T_- este temperatura electronilor;

k - constanta lui Boltzmann.

Din simetria sistemului rezultă posibilitatea calculului unidimensional. Ecuația Poisson, scrisă pentru regiunea stratului de sarcină spațială, are forma [3]:

$$\frac{d^2U}{dx^2} = -\frac{\rho_-}{\epsilon_0} = -\frac{eN_-}{\epsilon_0}, \quad (2.1)$$

Distanța maximă la care electronii se pot îndepărta de centrul gropii de potențial se numește "lungime Debye" și are relația următoare, ținând seama de expresiile (2.2) și (2.3):

$$\lambda_{D_{\max}} = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k T_-}{e^2 N_-}} \approx 69 \sqrt{\frac{T_-}{N_-}}. \quad (2.4)$$

Prin urmare, lungimea Debye dă ordinul de mărime al grosimii maxime a unui strat de sarcină spațială, care poate fi traversat de electronii din plasmă sub simplul efect al agitației termice.

Dacă stratul de sarcină spațială este creat de către electroni, se poate obține, în același mod, lungimea Debye pentru ioni:

$$\lambda_{D_{\max}}^+ = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k T_+}{e^2 N_+}} \approx 69 \sqrt{\frac{T_+}{N_+}}. \quad (2.5)$$

Lungimea de ecranare Debye pentru electroni este cu câteva ordine de mărime mai mare decât lungimea de ecranare Debye pentru ioni, ele găsindu-se în raportul $\lambda_- / \lambda_+ = (T_- / T_+)^{0.5}$. Cele două lungimi coincid numai dacă cele două temperaturi sunt egale (de ex., pentru plasma unei descărcări electrice în arc cu $N_- \approx N_+ = 10^{20} \text{ m}^{-3}$ și $T_- \approx T_+ = 10^4 \text{ K}$, se obține $\lambda_- = \lambda_+ = 10^{-6} \text{ m}$).

Mărimea λ_D este, așadar, cea mai importantă dimensiune spațială din fizica plasmelor. Se poate spune, deci, că un ansamblu de particule încărcate poate fi denumit plasmă numai dacă dimensiunile sale liniare sunt mult mai mari decât lungimea Debye, λ_D .

2) Lungimea Landau, λ_L

Lungimea Landau se definește ca fiind acea distanță pentru care energia electrostatică a unui electron este egală cu energia sa cinetică, conform relației:

$$\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0\lambda_L} = kT_-, \quad (2.6)$$

respectiv, valoarea lungimii Landau este:

$$\lambda_L = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 k T_-} \quad (2.7)$$

Între lungimea de ecranare Debye, λ_D^- , și lungimea Landau, λ_L , se poate stabili o legătură, plecând de la sfera Debye din jurul

unui ion, în care se află $[(4\pi/3)(\lambda_D^-)^3 N_-]$ electroni. Pentru ca distribuția de sarcină electrică în plasmă să fie continuă, trebuie ca $[(4\pi/3)(\lambda_D^-)^3 N_-] \gg 1$ și, notând $\Lambda = 1/N_-(\lambda_D^-)^3$, se obține condiția de plasmă, relația (2.8):

$$\Lambda \ll 1, \quad (2.8)$$

mărimea Λ numindu-se "parametrul plasmăi". Făcând raportul λ_L/λ_D^- , se observă că acesta depinde de Λ , astfel încât condiția de plasmă (2.8) devine:

$$\lambda_L \ll \lambda_D^-. \quad (2.9)$$

3) Coeficientul de difuzie, D

Purtătorii de sarcină din plasmă au o mișcare relativ haotică sub influența gradientilor de concentrație, mișcare ce duce la definirea coeficientului de difuzie ca fiind o treime din produsul dintre drumul mediu liber al particulelor, λ_c , și viteza medie a particulelor, $\langle V \rangle$, (relația 2.10):

$$D = 1/3 \lambda_c \langle V \rangle. \quad (2.10)$$

Pentru o anumită temperatură a ionilor sau electronilor (T_{\pm}), se pot defini coeficientul de difuzie liberă al ionilor, D_+ , respectiv al electronilor, D_- :

$$D_{\pm} = \frac{kT_{\pm}}{m_{\pm} v_{\pm}}, \quad (2.11)$$

în care v_{\pm} este frecvența de ciocnire a ionilor (electronilor).

Ecuția de difuzie unidirecțională poate fi scrisă sub forma:

$$\Gamma(x) = -D \frac{dN(x)}{dx}. \quad (2.12)$$

Ecuția de difuzie în spațiul de existență al plasmăi se obține din expresia (2.12) și are forma:

$$\vec{\Gamma}(\vec{r}) = -D \nabla N(\vec{r}). \quad (2.13)$$

care arată că procesul de difuzie este rezultatul mișcării particulelor din regiunile cu densitate mai mare către regiunile cu densitate mai mică, existând tendința de egalizare a densității de particule.

4) Coeficientul de mobilitate, μ

Acest coeficient apare din mișcarea dirijată a particulelor în prezența câmpurilor electrice și stabilește proporționalitatea

dintre viteza particulei și câmpul electric în care evoluează particula, sub forma:

$$\mu = \frac{\langle \vec{V} \rangle}{|\vec{E}|}. \quad (2.14)$$

În funcție de parametrii care caracterizează particula (masa, viteza de deplasare, drumul liber mediu etc.), expresia mobilității se poate obține din următorul model de mișcare simplificat: "energia câștigată de particulă între două ciocniri este cedată complet partenerului de interacțiune în timpul ciocnirii". Aplicând acest model unui gaz, se obține:

$$\frac{eE}{\langle V_{\pm} \rangle} = m_{\pm} \langle V_{\pm} \rangle. \quad (2.15)$$

$$\frac{eE}{\lambda_c^{\pm}} = m_{\pm} \langle V_{\pm} \rangle.$$

Înlocuind în expresia (2.14), se obține "coeficientul de mobilitate al ionilor (electronilor)":

$$\mu_{\pm} = \frac{\langle V_{\pm} \rangle}{E} = \frac{e\lambda_c^{\pm}}{m_{\pm} \langle V_{\pm} \rangle} = \frac{e}{m_{\pm} v_{\pm}}. \quad (2.16)$$

relația dintre cei doi coeficienți fiind: $\mu_{+} < \mu_{-}$, [$\langle V_{+} \rangle < \langle V_{-} \rangle$].

Din relațiile (2.11) și (2.16) rezultă legătura dintre difuzia și mobilitatea purtătorilor de sarcină sub forma:

$$\frac{\mu_{\pm}}{D_{\pm}} = \frac{e}{kT_{\pm}}, \quad (2.17)$$

relație cunoscută sub denumirea de "relația lui Einstein".

5) Conductivitatea electrică a plasmei, σ

În funcție de gradul de ionizare al plasmei, α , de temperatura T și de secțiunea eficace macroscopică de ciocnire, σ_c , conductivitatea electrică este dată de relația:

$$\sigma = 3,34 \times 10^{-12} \frac{\alpha}{\sigma_c \sqrt{T}}. \quad (2.18)$$

Dacă însă conductivitatea totală, σ_t , este rezultatul atât al

ciocnirilor electron-particulă neutră, care determină conductivitatea σ_- , cât și al ciocnirilor electron-ion, care determină conductivitatea σ_+ , atunci între aceste mărimi există următoarea relație:

$$\frac{1}{\sigma_t} = \frac{1}{\sigma_-} + \frac{1}{\sigma_+}. \quad (2.19)$$

6) Conductivitatea termică a plasmelor, K

Această conductivitate se determină cu relația:

$$K = 1,9891 \times 10^4 \sqrt{\frac{T_N}{m_N}} \frac{1}{d^2 \Omega_k}, \quad (2.20)$$

în care:

T_N - este temperatura componentei neutre;

m_N - greutatea moleculară a particulelor neutre;

d - diametrul caracteristic al particulelor neutre;

Ω_k - "integrală de ciocnire" pentru conductivitatea termică, mărime monoton variabilă în funcție de temperatură.

În general, se poate considera că: $K \propto \sqrt{T}$.

7) Vâscozitatea plasmelor, χ

Ca orice fluid, plasma trebuie să prezinte o anumită vâscozitate. În cazul plasmelor slab ionizate, coeficientul de vâscozitate χ are expresia:

$$\chi = 2,6693 \times 10^{-5} \frac{(T_N m_N)}{d^2 \Omega_k}. \quad (2.21)$$

În cazul plasmelor puternic ionizate, vâscozitatea este foarte mult influențată de temperatură.

Observând relațiile conductivității termice și vâscozității, se remarcă faptul că cele două mărimi se pot raporta una la alta. Importanța lor în studiul fenomenelor de transport în plasmă este cu atât mai mare cu cât gradul de ionizare al plasmelor este mai mare, iar presiunea gazului este mai ridicată.

2.2. Producerea descărcărilor electrice în gaze

Mecanismul străpungerii gazelor, care reprezintă faza inițială a obținerii unei plasmă luminiscente, este redat în fig.2.2 [3].

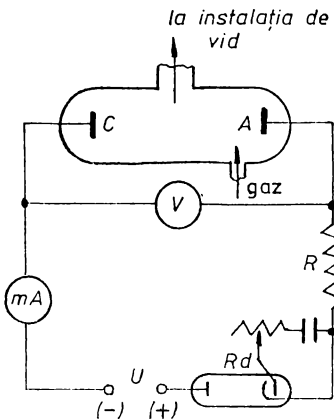


Fig.2.2. Schema de principiu pentru studiul străpungerii gazelor [3].

Un tub de sticlă este prevăzut la capete cu doi electrozi (catodul C și anodul A), între care se aplică o diferență de potențial de ordinul kilovolților, obținută de la o sursă de curent continuu cu tensiune variabilă. Tubul este conectat la o instalație de vid înaintat. Circuitul exterior cuprinde o rezistență de sarcină R, o diodă redresoare de înaltă tensiune, Rd, care joacă și rolul de a doua rezistență de sarcină, ea folosindu-se și ca regulator de curent prin încălzirea indirectă a filamentului, un voltmetru electronic cuplat între cei doi electrozi și un miliampermetru.

După ce în tub s-a realizat un vid de cca 10^{-3} torr, se introduce gazul de lucru, pentru început la presiunea atmosferică. Aplicând între catod și anod o diferență de potențial de ordinul a zeci de kV, prin miliampermetru trece un curent electric neglijabil ($I \approx 10^{-10}$ A), deci practic gazul este izolator. Dacă se reduce presiunea gazului până la 1 torr, curentul trece și se produce o descărcare vizibilă, caracterizată prin zone luminoase și întunecoase ce alternează (fig.2.3) [2]. Când presiunea scade de la 1 torr până la cca 10^{-4} torr, zonele luminoase din apropierea anodului dispar, iar la cca 10^{-3} și zonele din jurul catodului dispar instantaneu, observându-se numai o lumină albăstruie în tub. Plasma ce se obține la presiuni cuprinse în domeniul $10^{-3} \leq p \leq 40$ torr se numește "plasma descărcării luminiscente", care este una staționară. Străpungerea izolației gazului dintre catod și anod, având presiune foarte redusă, presupune, deci, existența unei diferențe de potențial de străpungere, ΔU_s , sau a unui potențial de străpungere, U_s , iar menținerea staționarității necesită existența pe electrozi a unei diferențe

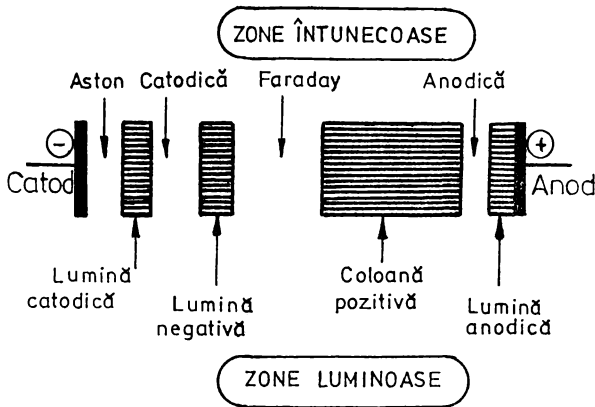


Fig.2.3. Reprezentarea zonelor întunecoase și luminoase la descărcarea în gaze [2].

tensiunii pe electrozi, potențialul de străpungere U_s satisface legea lui Paschen:

$$U_s = f(pd), \quad (2.22)$$

unde p este presiunea gazului, iar d -distanța dintre anod și catod.

Curba de variație a potențialului de străpungere U_s în funcție de presiunea redusă pd a gazului (azotului) este redată în fig.2.4 (graficul din interior arată diferențierea dintre U_s și U_1) [3]. Din figură se observă că valoarea minimă a lui U_s corespunde unei anumite valori a presiunii reduse pd , care este proporțională cu numărul de atomi sau molecule dintre electrozi și are următoarea influență în plasmă:

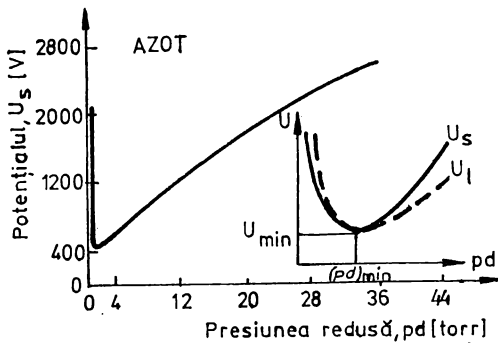
- dacă pd este mică, numărul de atomi sau de molecule este mic și deci și numărul de ionizări în spațiul catod-anod va fi mic;

- dacă pd este mare, ciocnirile electronilor cu atomii sau moleculele gazului, care se găsesc în număr mare între catod și anod, sunt așa de dese că puțini electroni sunt accelerați până la energia necesară pentru a putea ioniza atomii sau moleculele. Din cele două situații rezultă valoarea minimă a lui U_s la $(pd)_{optim}$. De asemenea, se observă că raportul $U_s/(pd)$ scade continuu cu creșterea presiunii reduse, pd . Când $pd=(pd)_{optim}$, rezultă $U_s=U_1$, iar pentru $pd<(pd)_{optim}$, $U_s<U_1$. Dacă se notează cu R_c , rezistența de sarcină

de potențial, ΔU_1 , sau a unui potențial al descărcării luminescente, U_1 , a cărui valoare depinde de valoarea curentului de descărcare (caracteristica volt-amperică din fig.2.6).

Presupunând că câmpul electric E dintre anod și catod este uniform în momentul aplicării

totală, atunci pentru $pd > (pd)_{optim}$, când $U_s > U_l$, se obține:



$$U_s - U_l = IR_c, \quad (2.23)$$

relație ce permite calcularea potențialului de străpungere, măsurând valorile celorlalte mărimi.

Așadar, din cele prezentate, rezultă că existența descărcărilor electrice în gaze implică trei grupe de procese [2]:

Fig.2.4. Variația potențialului de străpungere în funcție de presiunea redusă a gazului (azotului) [3].

- formarea purtătorilor de sarcină (electroni și ioni pozitivi);
- deplasarea purtătorilor de sarcină în câmpul electric;
- neutralizarea purtătorilor de sarcină.

Formarea purtătorilor de sarcină are loc în volumul gazului sau la electrozi și presupune următoarele:

- ionizarea prin ciocniri ale electronilor (care, primind o anumită energie cinetică datorită diferenței de potențial aplicate între electrozi, părăsesc suprafața catodului-emisie primară) cu atomii (moleculele) gazului de lucru, rezultând ioni pozitivi energici, ce se îndreaptă spre catod bombardându-l, și noi electroni (emisie secundară) ce vor fi accelerați spre anod. Electronii secundari, având mobilitate mai ridicată decât ionii (relația 2.16), vor ioniza, în continuare, gazul, obținându-se alți electroni, astfel că procesul se dezvoltă în avalanșă (fig.2.5), [74]. În același timp are loc și un proces de recombinare parțială între ioni pozitivi și electroni, rezultând atomi neutri, iar energia suplimentară a electronilor se emite sub formă de radiație electromagnetică, inclusiv în spectrul vizibil, conform relației (2.24) [26]:



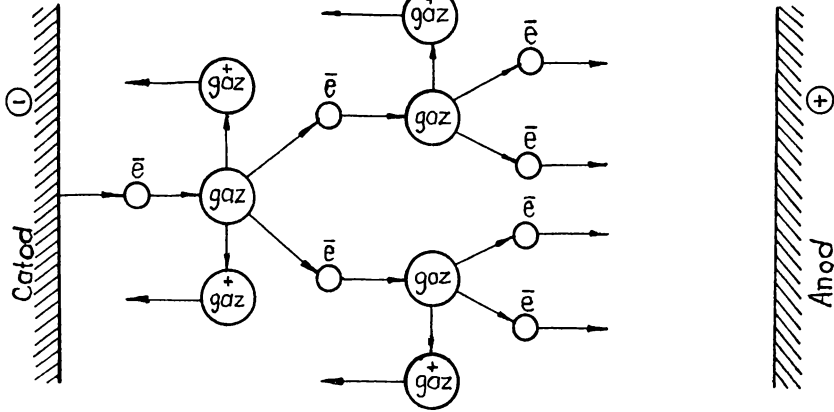
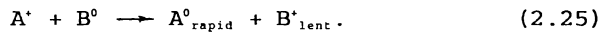


Fig.2.5. Schema amorsării procesului de ionizare în gaze [74]

- ionizarea prin ciocniri ale ionilor pozitivi energici, rezultați anterior, cu atomii neutri, de aceeași sau de altă natură, (B^0) [57], conform relației (2.25), rezultând un ion lent și un neutru rapid, ionul B' deplasându-se spre catod:



- ionizarea atomilor neutri de către fotonii emiși de atomii metastabili (atomii neutri excitați prin ciocniri cu electroni).

Pentru caracterizarea cantitativă a procesului de ionizare se definește coeficientul de ionizare prin numărul de atomi ionizați de către un purtător de sarcină pe distanța anod-catod de 1cm. Coeficientul de ionizare pentru electroni este notat cu α , cel pentru ionii pozitivi cu β , iar prin γ se definește coeficientul emisie secundare ca fiind numărul de electroni smulși din catod în urma impactului unei particule energice din descărcare.

Deplasarea purtătorilor în intervalul de descărcare este influențată de geometria acestuia, de natura și presiunea gazului de lucru și de câmpul electric local. Pentru caracterizarea mișcării în câmp electric se utilizează noțiunea de mobilitate (§ 2.1).

Neutralizarea purtătorilor de sarcină are loc fie la electrozi, fie în spațiul de descărcare prin recombinații de tip ion-electron și ion-atom neutru.

2.3. Plasma descărcării luminescente

Variind simultan tensiunea sursei de curent continuu și curentul de descărcare prin varierea rezistenței externe la montajul din fig.2.2, se obține curba din fig.2.6 [3], numită "caracteristica volt-amperică a descărcării luminescente" (denumire improprie, deoarece nu toate domeniile corespund unei descărcări luminescente)

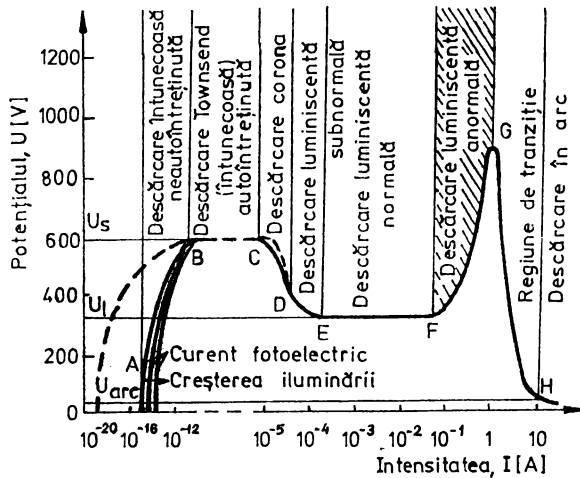


Fig.2.6. Caracteristica volt-amperică pentru diferite descărcări în gaze [3].

Variația aproximativ liniară a intensității curentului în funcție de tensiune pe porțiunea AB se explică prin lipsa ionizării pe baza ciocnirilor electron-atom, orice creștere a curentului datorându-se măririi numărului de electroni transportați la anod pe seama creșterii câmpului electric. Descărcarea rezultată pe AB este una întuneoasă neautoîntreținută.

Valoarea intensității curentului de descărcare pe ramura BC este limitată numai de rezistența de sarcină R_c . Descărcarea caracterizată de regiunea BC a curentului (tensiunea este aproximativ constantă) poartă denumirea de descărcare Townsend (întuneoasă), aceasta fiind autoîntreținută, adică potențialul de străpungere U_s este dat de valoarea minimă a diferenței de potențial aplicate.

La creșterea curentului de descărcare peste valoarea corespunzătoare

punzătoare punctului C apare **descărcarea corona** (caracteristic acesteia este forma de fir a unuia din electrozi, iar coloana de plasmă are formă cilindrică și este coaxială cu firul). În zona punctului D, rolul sarcinilor electrice de volum (sarcini spațiale) este predominant, permițând o ionizare mult mai eficientă a gazului, care se manifestă prin reducerea rezistenței electrice a gazului și a tensiunii necesare menținerii descărcării, iar curentul electric devine suficient de intens și descărcarea devine vizibilă prin apariția unor forme luminoase (fig.2.3). Datorită acestor forme luminoase, descărcarea electrică ce corespunde domeniilor DEFG ale caracteristicii volt-amperice poartă numele de **descărcare luminiscentă**. De fapt, regiunile CDE sunt regiuni de tranziție, de unde și denumirea de **descărcare luminiscentă subnormală** ce se atribuie regiunii de tranziție DE. La începutul porțiunii DE a caracteristicii volt-amperice, descărcarea este îngustă, neacoperind în întregime nici anodul și nici catodul.

Prin creșterea curentului de descărcare, spațiul întunecos Aston de la suprafața catodului începe să se delimiteze și lumina acoperă complet electrozii. În aceste condiții, descărcarea se numește **descărcare luminiscentă normală** (porțiunea EF).

Orice creștere în continuare a curentului determină o creștere a diferenței de potențial dintre electrozi (porțiunea FG), iar descărcarea se numește **descărcare luminiscentă anormală**, specifică nitrurării ionice. Lumina catodică devine mai intensă și spațiul întunecos catodic se micșorează. Dacă se mărește mai departe curentul, lumina catodică se intensifică, devine neuniformă și se localizează pe anumite regiuni ale suprafeței catodului, care se încălzesc rapid. În acest punct, diferența de potențial de pe electrozi scade foarte mult, porțiunea GH fiind cunoscută sub denumirea de **descărcare de tranziție luminiscentă-arc**. Porțiunea HI corespunde **descărcării în arc termoionic** cu tensiunea U_{arc} .

Așa cum s-a precizat, distribuția intensității luminoase pe parcursul descărcării luminiscente depinde puternic de presiune. Pentru presiuni în jurul a 1 torr, în imediata vecinătate a catodului se formează spațiul întunecos Aston, după care urmează lumina catodică și zona întunecoasă catodică, numită și spațiul întunecos Crookes-Hittorf, după numele cercetătorilor respectivi.

Pentru un curent de descărcare dat, lungimea zonei catodice crește odată cu scăderea presiunii. Urmează apoi altă zonă luminoasă numită **lumina negativă** și din nou o zonă aproape complet întunecoasă, numită **zona întunecoasă Faraday**. Dacă spațiul de descărcare (spațiul dintre catod și anod) este suficient de lung, cea mai mare parte a lui este ocupată de **coloana pozitivă**, uniformă și luminoasă sau de plasma descărcării luminescente. Capătul anodic al coloanei pozitive este uneori mai luminos decât coloana însăși și se numește **lumina anodică**, separată de coloana pozitivă prin **zona întunecoasă anodică**. Culoarea și intensitatea luminii diferitelor regiuni luminoase depind de natura și presiunea gazului și intensitatea crește cu creșterea curentului de descărcare.

Mecanismul descărcării luminescente presupune, așadar, existența în zona întunecoasă catodică a unui câmp electric foarte intens, datorat aglomerării sarcinii pozitive în fața catodului. Electronii emiși din catod îl părăsesc cu o energie de 1-2 eV și sunt rapid accelerați în câmpul electric din regiunea adiacentă catodului, excitând atomii neutri întâlniți și făcând să apară lumina catodică. Grosimea acestei lumini este foarte mică, deoarece energia electronilor depășește foarte repede energia corespunzătoare maximumului funcției de excitare. Electronii care au produs excitații și au pierdut aproape întreaga energie sunt accelerați din nou, dând naștere la câteva straturi luminoase din ce în ce mai slabe. Ulterior, electronii devin prea rapizi pentru a mai produce o excitare însemnată a gazului. În schimb, dacă spațiul întunecos catodic este suficient de lung (ca la descărcarea luminescentă normală) are loc ionizarea gazului însoțită de o dezvoltare în avalanșă exponențială a electronilor către marginea catodică a luminii negative, unde câmpul electric este practic nul. Lumina negativă este zona cea mai luminoasă din descărcare și este caracterizată prin trei grupe de electroni: electroni rapizi proveniți din spațiul întunecos catodic, electroni lenți proveniți din ionizarea gazului și electroni medii.

În descărcarea luminescentă anormală, mai ales, ionii și fotonii produși în lumina negativă cad pe catod, iar emisia electronică secundară ce rezultă este suficientă pentru menținerea descărcării.

Deplasarea electronilor în spațiul întunecos Faraday se pro-

duce datorită unui gradient de concentrație suficient de mare. După o distanță relativ mare parcursă în câmpul slab din acest spațiu, electronii capătă din nou energie suficientă pentru excitarea și ionizarea gazului, apărând capul coloanei pozitive ce conține electroni proveniți din diferite puncte ale luminii negative cu diferite energii inițiale. În coloana pozitivă, concentrațiile sarcinilor pozitive și negative sunt practic egale, datorită prezenței unui câmp electric relativ mic. Electronii ies din coloana pozitivă, traversează zona întunecoasă anodică și se îndreaptă către anod.

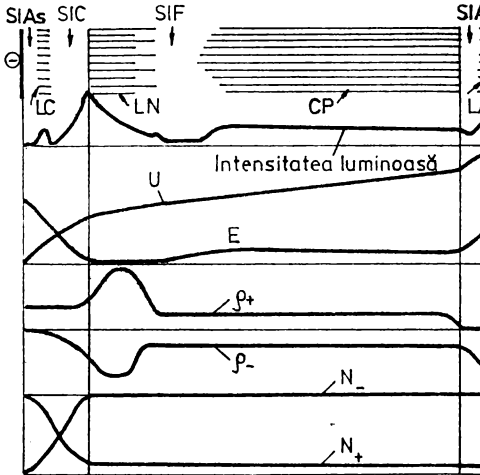


Fig.2.7.. Variația diferiților parametri în spațiul catod-anod la descărcarea luminescentă [3].

ridicate. Regiunea anodică apare deci ca o regiune îngustă, unde numărul ciocnirilor electron-atom este mic, ceea ce duce la o energie a electronilor mai mare decât energia electronilor din coloana pozitivă.

Variația intensității luminoase, potențialului electric, câmpului electric, densităților curenților electronic și ionic și a concentrațiilor electronilor și ionilor este redată în fig.2.7, [3]

Între particulele plasmei (electroni și ioni pozitivi) au loc permanent schimburi intense de energie, care sunt facilitate de mișcarea lor permanentă sub acțiunea câmpului electric și de ciocnirile acestora, astfel că unii ioni și electroni vor fi accelerați, iar alții, dimpotrivă, frânați.

In fața anodului, datorită atracției electronilor și respingerii ionilor, se formează un strat îngust de sarcină spațială negativă. Distribuția exactă a purtătorilor de sarcină din regiunea anodică a descărcării luminescente depinde puternic de suprafața anodului. La suprafața anodului, concentrația ionilor este egală cu zero, iar concentrația electronilor este foarte mică, în timp ce la limita coloanei pozitive concentrațiile electronilor și ionilor sunt practic egale și

Cap.3. CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND INFLUENȚA DIFERIȚILOR FACTORI ASUPRA STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR STRATURILOR NITRURATE IONIC LA OȚELURI DE PROVENIENȚĂ INDIGENĂ

3.1. Considerații generale

La cercetările efectuate până în prezent și la rezultatele obținute, edificatoare în ceea ce privește utilizarea la scară industrială a nitrurării ionice [31], [32], [33] ca mijloc de îmbunătățire a calității și de creștere a fiabilității produselor, era necesară extinderea cercetărilor privind morfologia și proprietățile stratului nitrurat și influența acestora asupra rezistenței la uzare, la șocuri și, mai ales, la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate, solicitări des întâlnite în exploatarea mașinilor, instalațiilor, utilajelor, agregatelor etc., precum și influența mediilor corosive asupra tenacității oțelurilor nitrurate ionice.

În procesul de nitrurare ionică, asupra morfologiei și proprietăților stratului nitrurat se manifestă, în măsură mai mare sau mai mică, o serie de factori, unii de natură tehnologică (temperatura și durata de nitrurare, compoziția și presiunea gazului de lucru), iar alții ce țin seama de starea anterioară nitrurării ionice a pieselor (recoaptă, normalizată sau îmbunătățită) și de compoziția chimică a materialelor acestora.

Cercetările întreprinse au fost, așadar, grupate în două categorii distincte:

a) cercetări privind structura și caracteristicile stratului nitrurat ionic, care să precizeze:

- influența parametrilor de proces (temperatura, durata și compoziția gazului de lucru) asupra structurii stratului nitrurat;
- influența parametrilor tehnologici asupra proprietăților stratului (duritate, grosime, fragilitate, tensiuni remanente etc.) și, în același timp, asupra calității (rugozității) suprafețelor pieselor nitrurate ionic și a modificărilor dimensionale și de formă ale pieselor supuse acestui tratament termochimic modern;

- influența compoziției chimice a oțelurilor și a stării an-tenitrurare a produselor asupra structurii și proprietăților stratului nitrurat ionic;

b) cercetări privind rezistența la uzare, la șocuri și la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi de până la 500°C, și influența lor și a mediilor corosive asupra modificărilor din zonele de combinație și de difuzie ale stratului nitrurat ionic și, prin acestea, asupra proprietăților superficiale ale pieselor.

3.2. Condiții de experimentare

3.2.1. Caracterizarea oțelurilor supuse cercetărilor. Probe. Instalație și aparatură.

Programul de cercetări experimentale, demarate încă din anul 1982 și efectuate pe instalația NITRION-10 din laboratorul de Tratamente Termice al Universității "Politehnica" din Timișoara, s-a întocmit și în concordanță cu obiectivele contractelor de cercetare științifică: nr.134/1983, 1984, 1985; nr.32T/3601/1985, 1986; nr.84/1988, 1989; nr.41T/4343/1988; nr.43T/4167/1988; nr.76/1989, 1990; nr.63/1992 [34], [35], [36], [37], [38], [39], [40], vizând optimizarea variantelor tehnologice de nitrurare ionică pentru atingerea valorilor caracteristicilor de exploatare ale diverselor piese și scule, impuse de solicitările la care acestea sunt supuse.

Mărcile de oțeluri folosite la experimentări și compoziția lor chimică, conform STAS și analizată pe fiecare șarjă [41], [42], [43], [44], [45], [46], [47], [48], [49], [50], sunt prezentate în tabelul 3.1, iar în tabelul 3.2, tratamentele antenitrurare aplicate semifabricatelor sub formă de bare din oțelurile respective, precum și duritățile rezultate. După efectuarea acestor tratamente, barele au fost rectificat cilindric, din care s-au debitat apoi probe de dimensiuni variabile ($D \times l$ mm) și care au fost supuse rectificării plane pe ambele suprafețe. Înainte de a fi introduse în instalația de nitrurare ionică, probele au fost atent degresate în tricloretilenă (unele chiar decapate), după care au fost nitrurate la regimurile redată în tabelul 3.3.

Tabelul 3.1. Mărci de oțeluri și compoziția chimică (STAS și analiză)

Nr. crt	Marca de oțel	Compoziția			
		C	Mn	Si	P
1	13CrNi30 STAS 791-80	0,09-0,16	0,30-0,60	0,17-0,37	max.0,035
		0,12	0,45	0,25	0,019
2	17MoCrNi14 STAS 791-88	0,14-0,20	0,60-0,90	0,17-0,37	max.0,035
		0,19	0,67	0,22	0,018
3	20TiMnCr12 STAS 791-88	0,17-0,23	0,80-1,10	0,17-0,37	max.0,035
		0,20	0,93	0,28	0,015
4	40Cr10 STAS 791-88	0,36-0,44	0,50-0,80	0,17-0,37	max.0,035
		0,41	0,71	0,27	0,016
5	34MoCr11 STAS 791-88	0,30-0,37	0,60-0,90	0,17-0,37	max.0,035
		0,33	0,62	0,29	0,020
6	42MoCr11 STAS 791-88	0,38-0,45	0,60-0,90	0,17-0,37	max.0,035
		0,42	0,73	0,24	0,016
7	34MoCrNi16 STAS 791-88	0,30-0,38	0,40-0,70	0,17-0,37	max.0,035
		0,36	0,58	0,23	0,014
8	39MoAlCr15 STAS 791-88	0,35-0,42	0,30-0,60	0,17-0,37	max.0,035
		0,39	0,43	0,28	0,019
9	30VCrW85 STAS 3611-88	0,25-0,35	0,20-0,40	0,15-0,30	-
		0,29	0,37	0,18	-
10	205Cr115 STAS 3611-88	1,90-2,20	0,15-0,45	0,10-0,40	-
		1,95	0,31	0,13	-
11	Rp 5 STAS 7382-88	0,86-0,94	max.0,40	max.0,45	-
		0,79	0,29	0,11	-
12	OLC 45 STAS 880-80	0,42-0,50	0,50-0,80	0,17-0,37	max.0,04
		0,47	0,67	0,19	-
13	OLC 60 STAS 880-80	0,57-0,65	0,60-0,90	0,17-0,37	max.0,04
		0,61	0,78	0,18	-

Tabelul 3.1 (continuare)

chimică, %					
S	Cr	Ni	Mo	W	Alte el
max.0,035	0,60-1,90	2,75-3,15	-	-	-
0,021	1,14	3,05	-	-	-
max.0,035	0,85-1,15	1,20-1,60	0,15-0,25	-	-
0,017	1,02	1,33	0,23	-	-
max.0,035	1,00-1,30	-	-	-	0,03-0,09 Ti
0,020	1,21	-	-	-	0,08 Ti
max.0,035	0,80-1,10	-	-	-	-
0,019	0,98	-	-	-	-
max.0,035	0,90-1,20	-	0,15-0,30	-	-
0,013	1,13	-	0,28	-	-
max.0,035	0,90-1,20	-	0,15-0,30	-	-
0,015	1,11	-	0,29	-	-
max.0,035	1,40-1,70	1,40-1,70	0,15-0,30	-	-
0,017	1,48	1,58	0,28	-	-
max.0,035	1,35-1,65	-	0,15-0,30	-	0,70-1,10 Al
0,012	1,18	-	0,27	-	0,94 Al
-	2,50-2,80	max.0,35	-	8,0-9,0	0,30-0,40 V
-	2,43	0,15	-	8,12	0,36 V
-	11,0-12,0	max.0,35	-	-	<0,3 Cu
-	11,21	0,18	-	-	-
-	3,80-4,40	-	4,70-5,20	6,0-7,0	1,70-2,20 V
-	4,17	-	5,18	6,65	1,98 V
max.0,045	max.0,3	max.0,3	-	max.0,3Cu	<0,05As
-	-	-	-	-	-
max.0,045	max.0,3	max.0,3	-	max.0,3Cu	<0,05As
-	-	-	-	-	-

Tabelul 3.2. Tratamente antenitrurare

Nr. crt	Marca de oțel	Călire		Revenire		Duritate [HV _{0,2}]
		T [°C]	Răcire	T [°C]	Răcire	
1	13CrNi30	870	ulei	600	aer	220-250
2	17MoCrNi14	840	ulei	600	aer	230-260
3	20TiMnCr12	880	ulei	600	aer	240-260
4	40Cr10	860	ulei	600	ulei	240-300
5	34MoCr11	850	ulei	600	aer	240-280
6	42MoCr11	840	ulei	600	ulei	260-310
7	34MoCrNi16	850	ulei	600	aer	250-280
8	39MoAlCr15	930	ulei	650	ulei	260-310
9	30VCrW85 *	1100	ulei	600	aer	380-430
10	205Cr115 *	950	ulei	450	aer	470-520
11	Rp 5 **	1250	ulei	560	aer	770-790
12	OLC 45	840	ulei	600	aer	260-280
13	OLC60	820	ulei	600	aer	260-280

Observații:

- durata de menținere la temperatura de austenitizare a fost de 0,5 h pentru toate barele;
- durata de menținere la temperatura de revenire a fost de 1h pentru toate barele;
- * preîncălzire la 650°C;
- ** preîncălzire I la 550°C și preîncălzire II la 850°C;
- 3 reveniri la 560°C.

Tabelul 3.3. Regimuri de nitrurare ionică

Presiunea, în torr	Tensiunea, în V	Temperatura de nitrurare, în °C	Durata de nitrurare, în h
0,8	750	480	4; 8; 12; 16; 20; 24
1,0	750	520	4; 8; 12; 16; 20; 24
1,2	750	560	4; 8; 12; 16; 20; 24

Măsurătorile de microduritate s-au efectuat în direcție radială, la distanțe de 0,03 mm, pe suprafața plană nitrurată, după ce, anterior, stratul nitrurat a fost îndepărtat prin rectificare, utilizându-se un microdurimetru PMT-3, la o sarcină de 0,2 daN.

3.2.2. Instalația și tehnologia de nitrurare ionică

În fig.3.1 se prezintă o vedere de ansamblu a instalației NITRION-10, cu principalele sale componente: 1-disociatorul; 2-retorta (anodul); 3-piese (catodul); 4-pompa de vid; 5-dulapul de comandă și măsură.

Piese (sculele) supuse nitrurării ionice sunt în stare finită (tratate termic corespunzător și finisate), fiind protejate suprafețele care nu trebuie nitrurate, decapate și degresate. Protecția suprafețelor respective se poate realiza fie pe cale mecanică (dopuri filetate sau nefiletate, inele, plăci etc. executate din același material cu piesa), fie prin aplicarea unei vopsele speciale "Nitrostop-1" [51]. Stratul de vopsea se depune pe o grosime de cca 0,2 mm, cu maximum 20-30 min înainte de introducerea pieselor în retorta instalației, și se îndepărtează, după efectuarea nitrurării, prin ștergere cu material textil.

Piese astfel pregătite sunt fixate în dispozitive adecvate, la o distanță de minimum 20 mm între ele pentru a se putea realiza descărcarea electrică, și introduse în retorta instalației. După realizarea etanșării corespunzătoare a retortei și efectuarea legăturilor aferente (de curent, de gaz de lucru și de apă de răcire), se trece la vidarea acesteia până la o presiune de $10^{-2} \dots 10^{-1}$ torr. La atingerea acestei presiuni, se oprește pompa și se introduce gaz de lucru până la presiunea de 10 torr, spălând șarja. Apoi, se videază din nou retorta, realizând vidul inițial.

Punerea în funcțiune a instalației se face prin cuplarea treptată a tensiunii (500, 750 și 1000 V), trecerea de la o treaptă la alta făcându-se numai după stabilizarea tensiunii, respectiv după dispariția "sclipirilor" (arcuri de mică putere) de pe suprafața pieselor. Aceste sclipiri sunt efectul fenomenului de pulverizare catodică (sputtering) [52], respectiv al bombardării piesei de către ionii pozitivi și atomii neutri rapizi proveniți din descărca-

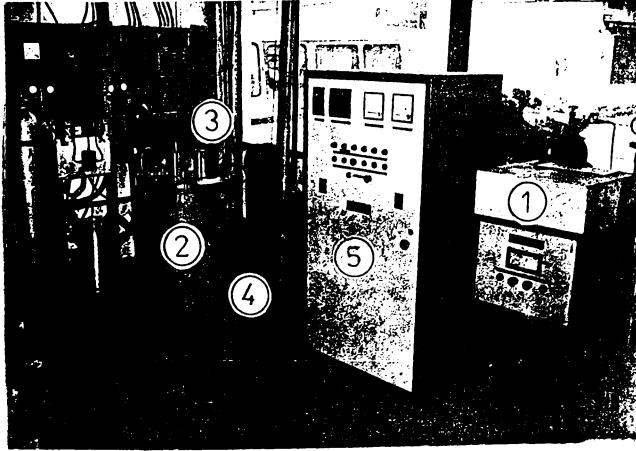


Fig.3.1. Vedere generală a instalației NITRION-10, existentă în laboratorul de Tratamente Termice.

răa luminescentă, în urma căreia, pe lângă emisia de electroni secundari și reemisia gazelor adsorbite (N_2 și H_2), are loc și un proces de emisie a unor particule grele din suprafața piesei (stratul

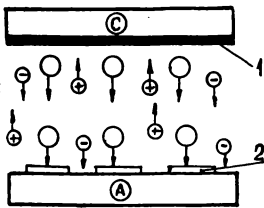


Fig.3.2. Schema de principiu a pulverizării catodice (sputtering) [52].

de oxizi-1, fig.3.2), deci o curățire suplimentară a piesei de eventualii oxizi nedecați chimic. Particulele ejectate sunt proiectate în toate direcțiile, ajungând în final pe anod sub forma unui strat, numit strat pulverizat (2). Pulverizarea catodică poate fi chimică sau fizică.

Pulverizarea chimică are loc atunci când există posibilitatea ca ionii pozitivi și atomii incidenti să reacționeze chimic cu materialul bombardat sau cu componenții ai acestuia. În cazul nitrurării ionice, datorită parcursului relativ mare al atomilor de hidrogen în catod (oțel sau fontă), în rețeaua acestuia se formează compuși gazoși de tipul C_nH_n , eliminați apoi prin degazare [53].

Suprafața piesei este deci decarburată, creându-se astfel condiții favorabile fixării interstițiale a azotului prin substituția carbonului și formării unor combinații de tipul nitrurilor și a unei soluții solide (nitroferită), ceea ce reprezintă unul din cele două mecanisme posibile de formare a stratului nitrurat ionic.

Pulverizarea fizică presupune eliberarea de atomi din suprafața piesei prin transferul de impuls de la particulele electrice incidente. Mecanismul de ejecție al atomilor este datorat transferului cantității de mișcare, $p=mv=\sqrt{2mE}$, a ionului incident către atomii din catod.

După curățirea pieselor prin pulverizare catodică se cuplează tensiunea de lucru pe treapta de 500 sau 750 V, în funcție de mărimea șarjei, și se introduce în retortă amoniacul disociat la o presiune de 1...5 (10) torr, presiune dependentă de mărimea încărcăturii și corelată cu temperatura de regim, care se reglează automat de la dulapul de comandă, pe baza creșterii presiunii gazului.

Durata de nitrurare se alege avându-se în vedere grosimea stratului dorită (0,1-0,5 mm) și temperatura adoptată (480-560°C).

Deșarjarea instalației se efectuează, după scurgerea timpului prestabilit, prin oprirea admisiei gazului de lucru, scoaterea de sub tensiune a retortei, răcirea lentă a pieselor până sub 100°C (pompa rămânând în funcțiune), desfacerea tuturor legăturilor și introducerea aerului în incinta vidată pentru ridicarea capacului.

3.2.2.1. Procese la catod (piese)

Procesele, care au loc la suprafața pieselor, conduc la fixarea superficială a azotului, la încălzirea acestora și, prin termodifuzie, la formarea unor compuși chimici și a unei soluții solide de inserție a azotului în Fe α , care îmbunătățesc proprietățile stratului nitrurat (scopul nitrurării ionice).

Astfel, la impactul ionilor pozitivi atomici (N⁺, H⁺) și moleculari (N₂⁺, H₂⁺, N₁H₁⁺), aceștia din urmă disociind la suprafața catodului, cu suprafața piesei de tratat, o parte din energia lor cinetică se transformă în energie termică, încălzind piesa. În același timp, ei smulg din suprafață atomi și electroni prin fenomenul de pulverizare (efectul sputtering), pentru care se consumă o altă

parte din energia lor cinetică, restul fiind cedată acestora ca energie cinetică. Așadar, în urma impactului ionilor cu suprafața rezultă bilanțul energetic de forma [54], [55]:

$$E_{ion} = E_{inc} + E_{exp} + E_{voc}, \quad (3.1)$$

în care:

E_{ion} este energia cinetică a ionilor incidenti (poate avea valoarea maximă de 2000 eV, dar în proces este mai mică, doar de ordinul câtorva sute de eV [56]);

E_{inc} - parte din energia cinetică a ionilor transformată în căldură;

E_{exp} - parte din energia cinetică consumată pentru smulgerea (expulzarea) unor atomi și electroni din rețeaua cristalină a piesei (cca 100 eV, [56]);

E_{voc} - energia cinetică cedată atomilor și electronilor smulși prin pulverizare catodică (prin șoc), folosită, în continuare, în procesul de disociere a moleculelor (E_{dis}) și în cel de ionizare a atomilor (E_{ion}).

De altfel, bilanțul energetic la catod este influențat, alături de încălzirea catodului prin impactul ionilor pozitivi și răcirea sa prin pulverizare, și de încălzirea catodului prin neutralizarea ionilor pozitivi, precum și de răcirea acestuia prin emisii de electroni și radiație și prin conducție și convecție termică [3]

Reacțiile specifice la suprafața pieselor (fig.3.3), în urma bombardamentului cu ioni și neutri, ar fi următoarele:

a) **Implantarea ionilor atomici de azot, neutralizați Auger** [57] la o distanță de câțiva angstromi în fața catodului, și a neutrilor rapizi în structura cristalină a catodului (piesei), are loc încălzirea suprafeței, azotul difuzează în adâncime, realizând combinații cu atomii acesteia. Contribuție importantă la implantarea de azot o aduc și ionii moleculari (N_2 , H_2) și neutrii rapizi moleculari (N_2H , NH , NH_2 , NH_3); datorită legăturii slabe între atomii constituenți, aceste particule incidente moleculare, având energie cinetică în jurul a 100 eV, disociază violent la interacțiunea cu atomii rețelei catodului, pe de-o parte, iar pe de alta, ținând cont de conservarea impulsului la interacțiunea cu un atom "legat"

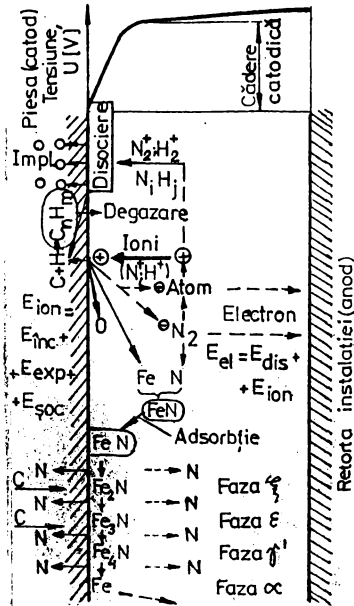


Fig.3.3. Reacții la suprafața piesei, la nitrurarea ionică [26], [54], [55].

trură, care nu se găsește în echilibru nici cu $Fe\alpha$, nici cu plasma, se descompune, atomul de fier fiind reînglobat în rețea, iar azotul difuzează atât în piesă, rezultând nitruri mai sărace în azot, de tipul Fe_xN (ξ , ϵ , γ'), faza cea mai săracă dar și cea mai stabilă fiind Fe_3N (γ'), cât și înapoi în plasmă. La energii de bombardare ionică suficient de mari și nitrura Fe_3N se poate descompune (azotul reintrând în ciclul de ionizare, bombardament etc.), astfel că la suprafața piesei este posibil să nu apară zonă de combinații (strat alb), ci numai zonă de difuzie.

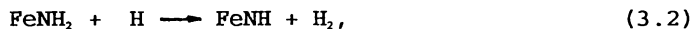
Acest mecanism este îmbrățișat de către toți cercetătorii germani (reprezentantul de seamă al acestora este B. Edenhofer prin numeroasele sale lucrări, câteva din ele prezentate în cap.1), el fiind enunțat, încă din anul 1965, de Kölbel [65]. Mecanismul este, însă, incomplet și chiar incorect [66], deoarece nitrurarea ionică s-ar putea realiza numai în azot sau într-un amestec de trei părți argon și o parte azot, ceea ce în realitate nu se produce, cercetările întreprinse la ICEFIZ București, încă din anii 1973-1974, și de Hudis [67], vin să confirme acest lucru, respectiv nu are loc

al rețelei, majoritatea atomilor care interacționează (ai moleculei rapide și atomul rețelei) se vor deplasa spre interiorul rețelei, intrând și aceștia în combinații cu atomii catodului, realizându-se, astfel, nitrurarea ionică.

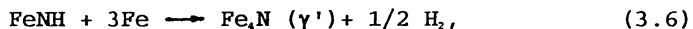
Mecanismul implantării (bombardamentului ionic) este subliniat, cu precădere, de cercetătorii francezi [58], [59], [60], [61].

b) Pulverizarea din catod a atomilor de fier care, la nivelul plasmă, se combină cu azotul din faza gazoasă și, datorită drumului liber mijlociu foarte mic la presiunea de lucru, ionii de fier, în cea mai mare parte, retrodifuzează și condensează pe catod sub formă de nitrură de fier (FeN), bogată în azot [62], [63], [64]. Această ni-

difuzia azotului în adâncime. În lucrarea [66] se afirmă, în plus, că nu s-a reușit identificarea FeN în fasciculul molecular extras printr-o fantă practică în catod și analizat cu un spectrometru de masă, găsind, în schimb, FeNH₂ și FeNH₃. Din experiențele efectuate a reieșit că acești compuși aminați se formează la suprafața catodului, de unde sunt pulverizați prin bombardamentul particulelor incidente rapide. Autorii acordă importanță deosebită formării fieraminei FeNH₂ la suprafața pieselor, compus relativ stabil, și propun un mecanism comun pentru nitrurarea ionică și gazoasă:



sau:



în care hidrogenul ar avea rolul de catalizator.

În același timp, în urma impactului particulelor cu catodul, hidrogenul atomic sau molecular reacționează cu carbonul formând compuși volatili de forma C_mH_n care părăsesc catodul în volumul de gaze și de aici în exteriorul retortei, deci are loc decarburarea suprafeței [26]. Difuzia azotului în adâncime se produce, deci, ca o consecință a difuziei carbonului din interior către suprafața decarburată prin bombardament ionic. Oxigenul este și el smuls din eventualii oxizi rămași pe suprafața pieselor, realizându-se curățarea finală a acestora. Pe suprafețele pieselor se mențin, însă, chiar după o atentă curățare și vidare a retortei, vapori de apă, aer, azot și hidrocarburi, iar într-un strat superficial foarte subțire pot fi absorbite gaze (O₂, N₂, CO, CO₂), care sunt eliminate prin degazare în primele faze ale încălzirii [68].

Bilanțul transferului de materie la nitrurarea ionică este alcătuit, în principiu, din pierdere din greutate prin pulverizarea catodică (pierderi de fier, curba 2, și de alte particule, curba 4) și din creștere în greutate prin difuzia azotului, care, la saturarea suprafeței, tinde spre o valoare limită (curba 1), potrivit reprezentării din fig.3.4 [54]. Alte forme de transfer de materie,

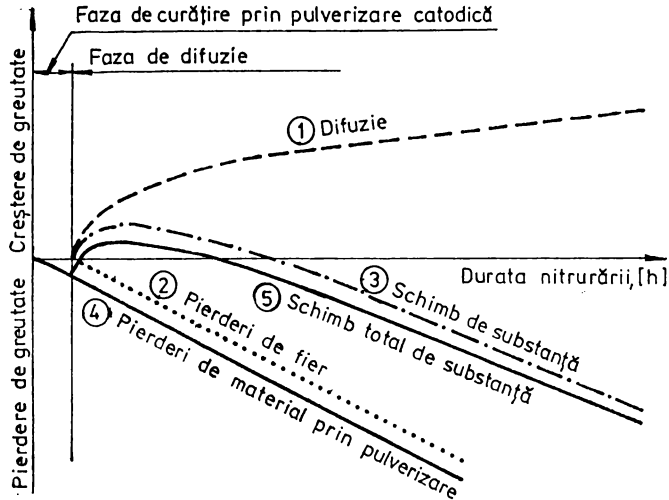


Fig.3.4. Bilanțul transferului de materie la nitrurarea ionică [54].

ca de exemplu prin implantarea de ioni în rețeaua de fier, pot fi neglijate. Deoarece numai o parte din atomi retrodifuzează, pierderea este proporțională cu durata nitrurării (curbele 2, 4), curbele 3 și 5 fiind rezultatele curbelor 1 și 2, respectiv 3 și 4.

3.2.2.2. Fenomene nedorite care pot să apară la nitrurarea ionică

În timpul desfășurării procesului de nitrurare ionică, datorită unor deficiențe de pregătire a pieselor sau unor prelucrări necorespunzătoare a suprafețelor acestora, pot să apară arcuri electrice puternice sau concentrări energetice intense în anumite zone, conducând la distrugerea (topirea) locală a pieselor.

a) Tranziția în regim de arc electric.

Atunci când la catod se creează condiții favorabile apariției unui număr foarte mare de electroni având o concentrație mult peste concentrația electronilor secundari, impedanța intervalului de descărcare [3] scade foarte mult iar intensitatea curentului electric este foarte mare, astfel că descărcarea luminiscentă anormală, specifică nitrurării ionice, trece în arc electric, care conduce înert la arderea locală a suprafeței piesei.

Microgeometria suprafețelor pieselor poate duce la apariția arcurilor electrice pe microneregularități, datorită câmpului electric intens concentrat pe ele și bombardării cu ioni și atomi neutri rapizi, precum și unei ionizări intense în golul dintre asperități, unde se formează punți de gaz cu presiune mare.

Pentru evitarea efectelor arcului electric, uneori catastrofale pentru piese (rebutarea lor), redresorul de alimentare este dotat cu sisteme de protecție electronică la scurt circuit (protecție antiarc, fig.1.18), iar dacă acestea nu răspund se recurge la oprirea instalației și înlăturarea inconvenientelor precizate.

b) Efectul de dublu-catod.

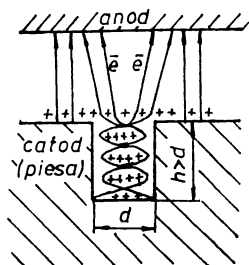


Fig.3.5. Schema formării fenomenului de dublu-catod [69].

La nitrurarea ionică, geometria pieselor fiind foarte variată, există pericolul apariției efectului de "dublu-catod" [69]. Acest efect apare atunci când catodul (piesa) are porțiuni aflate față în față, la o astfel de distanță (mult sub 20 mm) încât luminile negative se întâlnesc. În aceste condiții, electronii accelerați în căderea catodică de potențial din fața unei porțiuni sunt încetiniți și retroaccelerați în căderea catodică a celeilalte porțiuni. Datorită pendulării în spațiul dintre cele două suprafețe, lungimea parcursului electronilor crește foarte mult, implicit și numărul de excitări și ionizări (fig.3.5). De asemenea, fluxul de electroni secundari rezultați prin fotoemisie este foarte intens. Concentrația ionilor fiind mărită, bombardarea catodului este intensificată, având loc o încălzire locală puternică (sute de grade peste temperatura obișnuită a catodului). Zona este foarte luminoasă datorită emisiei de fotoni prin dezexcitare, densitatea de curent locală crește foarte mult, scurtcircuitând practic restul descărcării. Cea mai mare parte a puterii redresorului revine astfel zonei "catodului dublu" cu efecte nedorite (încălzirea suprafeței piesei până la topire sau treceri foarte frecvente în regim de arc electric).

În cazul când dublul-catod se formează în cavități (fig.3.5), efectul este important numai dacă adâncimea cavității este mai mare decât diametrul (deschiderea) acesteia ($h > d$). În aceste situații,

pentru evitarea apariției efectului de "dublu-catod", se recurge la "înfundarea" cavităților cu dopuri executate din același material cu cel al piesei ce se tratează.

3.2.2.3. Analiza critică a instalației NITRION-10

Făcând excepție de la gradul semiautomat de funcționare a instalației NITRION-10, deoarece reglarea presiunii gazului de lucru, deci și a temperaturii, cu excepția ultimelor 50°C, se realizează manual, principalul inconvenient al instalației îl constituie disociatorul, care realizează amestecul de azot și hidrogen necesar nitrurării ionice, conform reacției de echilibru (3.7):



a cărei constantă de echilibru (k_p) are forma

$$k_p = p_{\text{N}_2}^3 \cdot p_{\text{H}_2} / p_{\text{NH}_3}^2, \quad (3.8)$$

p_{N_2} , p_{H_2} și p_{NH_3} fiind presiunile parțiale de azot, hidrogen și, respectiv, amoniac.

Pentru desfășurarea în condiții normale a procesului de nitrurare ionică, nu se admite introducerea în retortă a amoniacului nedisociat, deoarece conduce la încălzirea neuniformă a pieselor, respectiv la trecerea de la descărcarea luminiscentă anormală la un regim de arc electric, care poate provoca, în anumite zone ale piesei, chiar topiri ale suprafeței, astfel că procesul nu mai poate fi controlat, ceea ce implică oprirea imediată a instalației.

Catalizatorul reacției (3.7) este un suport ceramic din cărămidă spumantă de Al_2O_3 impregnată cu NiO , cracarea începând la 300°C.

Întrucât constanta de echilibru k_p depinde de temperatură și de presiune, iar echilibrul reacției este unul dinamic, factorii care influențează procesul de disociere al amoniacului sunt: presiunea, temperatura și timpul de contact, acesta din urmă fiind caracterizat prin debitul de amoniac și volumul de catalizator.

Presiunea cea mai favorabilă a amoniacului în disociator este ceva mai mare decât cea atmosferică, deoarece la presiuni mai mari

are loc deplasarea echilibrului [70] spre sinteza amoniacului, iar la presiuni mai joase apare pericolul de explozie.

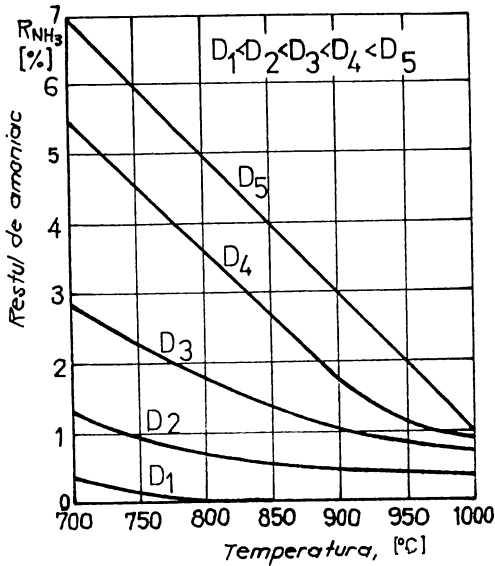


Fig.3.6. Variația restului de amoniac în funcție de temperatura de cracare [70].

sub 1% la temperatura de 1000°C. Însă, la această temperatură, elementele de încălzire (rezistoarele metalice) ale cuptorului de cracare sunt puternic solicitate termic, ele putându-se chiar arde, deci temperatura optimă de cracare rămâne 750°C.

În ceea ce privește debitul de intrare al amoniacului, cu cât acesta este mai mic cu atât cracarea (disocierea) amoniacului este aproape perfectă.

Pentru desfășurarea corespunzătoare a reacțiilor specifice la suprafața pieselor, gazul de lucru (amoniacul disociat) trebuie să prezinte o umiditate cât mai redusă (sub 0,1%), în acest sens măsurându-se punctul de rouă pentru fiecare temperatură și debit de amoniac, operație destul de incomodă (aparatură corespunzătoare, subiectivism în interpretarea rezultatelor etc.), ea constituind un dezavantaj al disociatorului termic. Acesta, funcționând timp îndelungat (practic, fără oprire) pentru a avea gaz de lucru uscat și cu procent cât mai redus sau lipsit de rest de amoniac nedisoci-

Temperatura de cracare are o influență hotărâtoare asupra disocierii amoniacului, astfel că, prin mărirea ei, restul de amoniac (R_{NH_3}) scade foarte mult, el fiind sub 1% la temperatura de 750 °C (fig.3.6) pentru un debit de 100 l/h (D_2), situație optimă în procesul de nitrurare ionică.

Timpul de contact dintre amoniac și catalizator are o influență similară cu cea a temperaturii (la debite mici, cracare bună).

Din diagramă se observă că, la orice debit utilizat, restul de amoniac este

at (R_{NH_3}), la variații de tensiune și curent pe rețea, precum și la apariția unor defecte ale componentelor electrice și electronice de reglare și comandă a tensiunii de alimentare, rezistoarele metalice ale cuptorului de cracare (fig.3.7) se ard foarte des, ceea ce presupune întreruperea procesului propriu-zis de nitrurare și

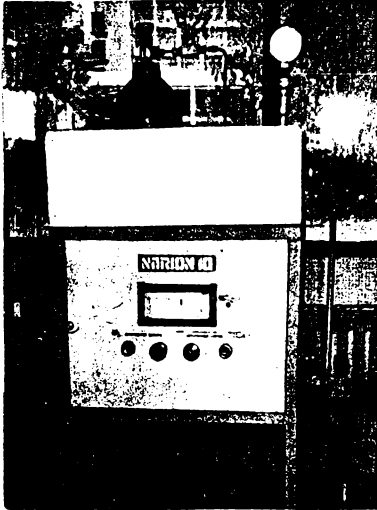


Fig.3.7. Cuptorul de cracare al instalației de nitrurare ionică, NITRION-10.

cheltuieli suplimentare pentru înlăturarea defecțiunii. Așa cum s-a mai precizat, nitrurarea ionică are loc în amestec de azot și hidrogen într-o descărcare luminescentă anormală. Experimental s-a determinat că o atmosferă alcătuită numai din azot [71] nu conduce la nici un rezultat (nu se produce nitrurarea). Așadar, hidrogenul are un rol important în mecanismul nitrurării ionice, însă acesta n-a fost elucidat încă de către specialiști, părerile lor fiind împărțite în ceea ce privește rolul hidrogenului la morfologia stratului nitrurat, fie de decarburant, fie de catalizator.

Pe de altă parte, participarea procentuală a celor două componente (azot și hidrogen), în procesul de nitrurare ionică, diferită (50% N_2 + 50% H_2 sau 75% N_2 + 25% H_2) de cea rezultată prin disocierea termică a amoniacului (25% N_2 + 75% H_2), nu este îndeajuns de studiată în literatura de specialitate.

Având în vedere toate aceste aspecte prezentate, am proiectat și realizat un echipament special de alimentare cu azot și hidrogen (fig.3.8, vedere generală), a cărui schemă de principiu este redată în fig.3.9 [72], el constituind o noutate în domeniu.

Pentru realizarea presiunii și debitelor necesare în procesul de nitrurare ionică, echipamentul dispune de manometre (1), regulate de presiune (2), robineți (3) și debitmetre (4) pentru fiecare gaz în parte, obținându-se astfel și proporția de azot-hidrogen dorită. Cele două gaze intră în incinta de omogenizare (5) și, de aici, în retorta vidată a instalației NITRION-10.

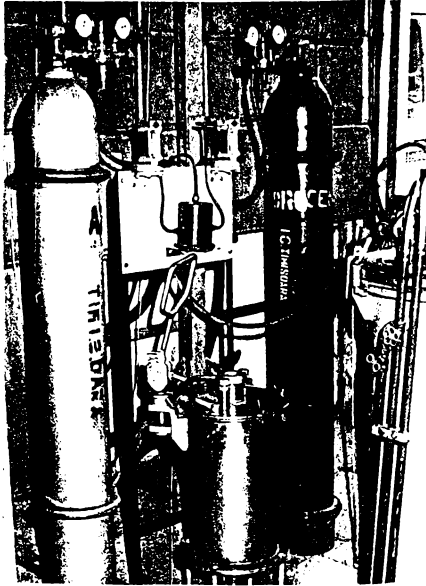


Fig.3.8. Echipamentul de alimentare cu azot și hidrogen.

Echipamentul realizat prezintă, față de cuptorul de cracare din dotarea instalației NITRION-10, o serie de avantaje:

- este simplu din punct de vedere constructiv, deci mai economic (de nenumărate ori mai ieftin) și nu necesită pregătiri speciale de punere în stare de funcționare (cracarea termică a amoniacului durează cel puțin 16 ore la temperaturi ridicate de 700-750°C, pentru a avea gaz uscat și R_{NH_3} cât mai scăzut);

- consumul de gaz este mai redus (mai puține pierderi), iar consumurile de curent electric și de catalizator sunt nule:

- nu există pericolul poluării atmosferei;
- permite determinarea proporției optime de azot și hidrogen pentru realizarea morfologiei dorite a stratului nitrurat, care să posede caracteristici cât mai favorabile.

Echipamentul de alimentare cu azot și hidrogen prezentat poate să înlocuiască disociatoarele termice ale instalațiilor de nitrurare ionică de tip NITRION, existente în societăți comerciale din întreaga țară.

În prezent, în țara noastră lucrează peste 120 de instalații de nitrurare ionică produse de IFTAR București (cele mai multe) și de "Metalotehnica", Târgu-Mureș [24].

3.2.2.4. Variantă constructivă de retortă

Pentru amorsarea rapidă a descărcării luminescente, respectiv pentru a scurta durata operațiilor premergătoare procesului de nitrurare ionică (numai vederea retortei instalației NITRION-10, spălarea pieselor cu gaz de lucru și revidarea acestora durează cca o oră) și a răcirii finale, în vederea efectuării unor cercetări,

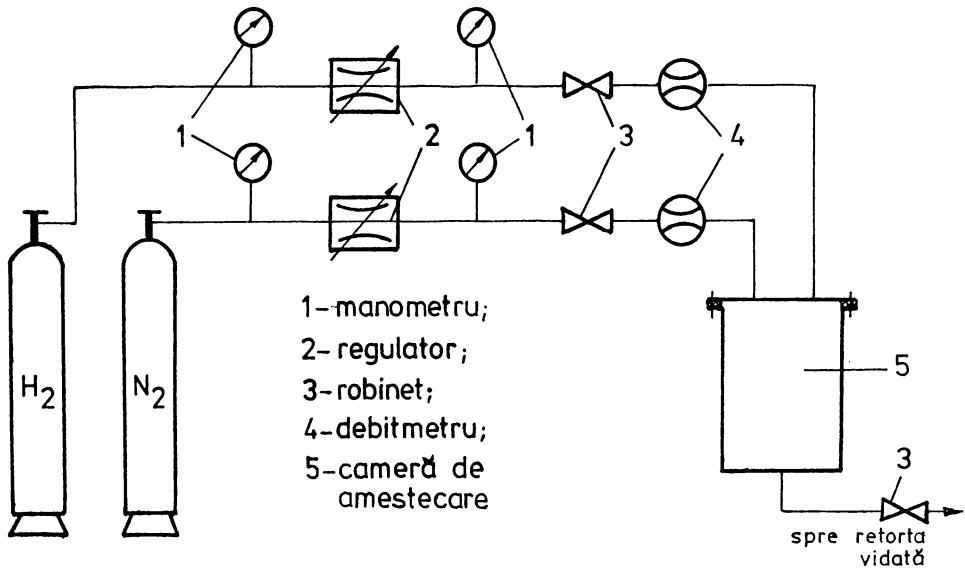


Fig.3.9. Schema de principiu a echipamentului de alimentare separată cu azot și hidrogen [72].

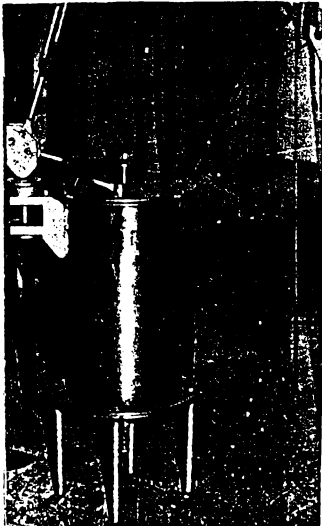


Fig.3.10. Retorta (vedere).

am proiectat și realizat o retortă (fig.3.10) de dimensiuni utile mult mai mici (ϕ 200 x 450 mm) decât ale celei existente. Caracteristic acestei noi retorte este amplasarea catodului la partea inferioară (fig.3.11) [73], în poziție fixă, iar piesele se așază pe el fără ajutorul vreunui dispozitiv.

Catodul descărcării electrice este o construcție metal-tub ceramic, tubul izolând catodul față de retortă (anodul descărcării). Capacul retortei este rabatabil (șarjarea și deșarjarea se fac pe la partea superioară), pe el găsiindu-se robinetul cu ac prin care se alimentează cu gaz de lucru, robinetul de umplere rapidă cu aer a retortei pentru deșarjare și vizorul prin care se urmărește procesul de nitrurare. Acționarea capacului se realizează

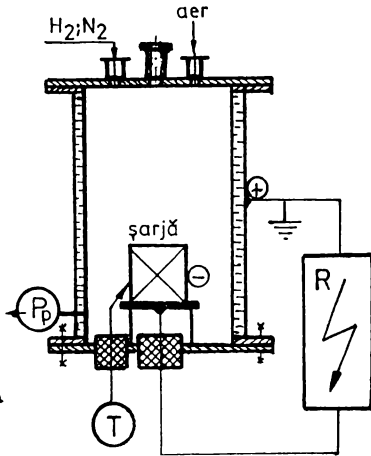


Fig.3.11. Secțiune prin retortă [73].

cu ajutorul unui mecanism patruleter cu articulații.

Retorta se racordează la sistemul de vidare și la panoul de comandă și măsură ale instalației NITRION-10.

Retorta și echipamentul de alimentare cu gaz de lucru (azot și hidrogen) realizate, înlocuind retorta inițială și dissociatorul, și racordate la dulapul de comandă al instalației NITRION-10 constituie instalația de nitrurare ionică pentru laborator, simbolizată INIL-01 [73], cu ajutorul căreia se pot efectua și lucrări de laborator cu studenții, având în vedere timpii de pregătire-încheiere mult mai reduși decât la instalația NITRION-10.

3.3. Influența parametrilor tehnologici de bază ai nitrurării ionice (temperatura, durata și compoziția gazului de lucru) asupra structurii stratului superficial

3.3.1.- Temperatura de nitrurare

Valoarea optimă a temperaturii de nitrurare ionică a oțelurilor se situează în intervalul 450-550 (580)°C. Ea este limitată superior de valoarea temperaturii eutectoide (590°C, în sistemul metastabil Fe-N, fig.3.12, [26], [74]), deoarece, la depășirea acesteia, în zona de difuzie se formează austenita (nitroaustenita-Fe γ (N)), care, la răcire, se transformă în "braunită" (eutectoid format din soluția α , ferita - Fe α (N), numită și nitroferită, și faza γ' -Fe γ (N), structură grosolană și poroasă, de nedorit. Valoarea minimă a intervalului optim de nitrurare ionică este de 450°C, deoarece, la temperaturi sub această valoare, coeficientul de difuzie (solubilitatea azotului în fier) scade foarte mult (la 400°C difuzează numai 0,025% N față de 0,06% N la 550°C, fig.3.13 [26]), deci nu se obțin îmbunătățiri ale proprietăților stratului nitrurat.

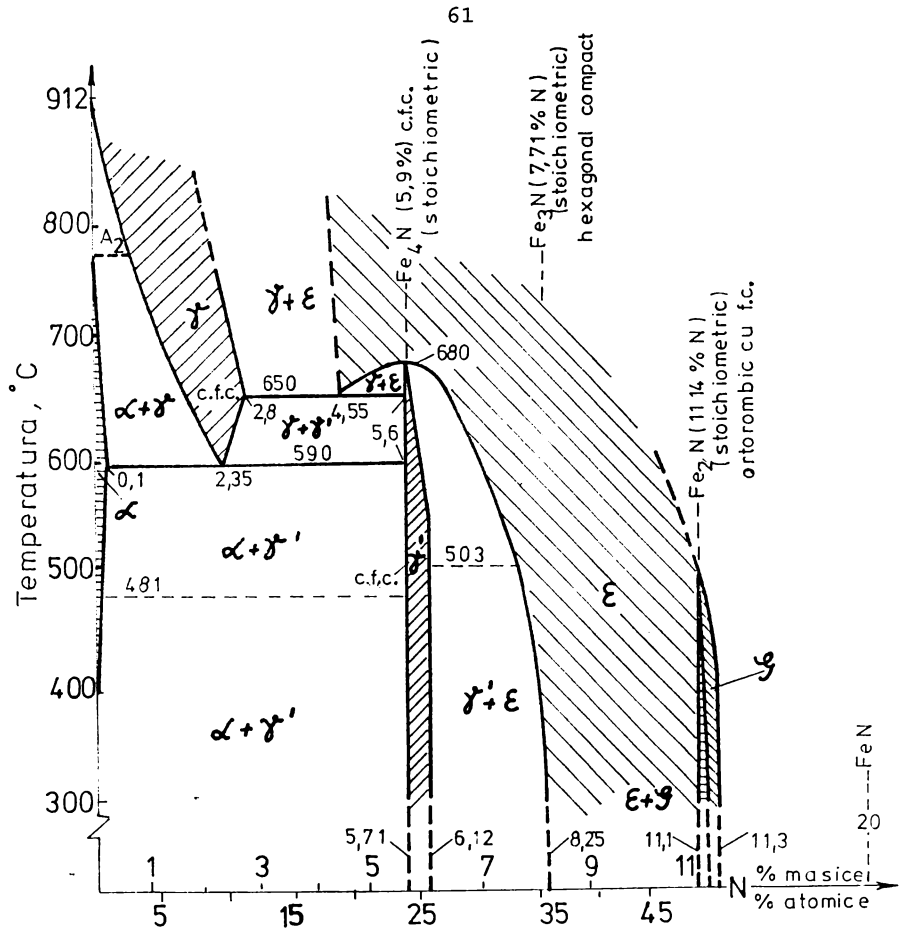


Fig.3.12. Diagrama de echilibru a sistemului metastabil Fe-N.

În cercetările efectuate, din intervalul amintit am ales trei valori de temperatură (480, 520 și 560°C).

Investigațiile metalografice asupra structurii stratului nitrurat ionic (fig.3.14, [75]) au reliefat existența a două zone distincte:

- zona de combinație (strat alb), care este constituită, de regulă, din nitrura monofazică γ' (Fe_4N), deoarece plasma (gazul de lucru) nu conține și carbon; existența acestei zone este direct dependentă de valoarea temperaturii de nitrurare, respectiv de conținutul de azot difuzat, ea negăsindu-se sub 500°C;

- zona de difuzie, care este alcătuită din nitroferită- $\text{Fe}_\alpha(\text{N})$

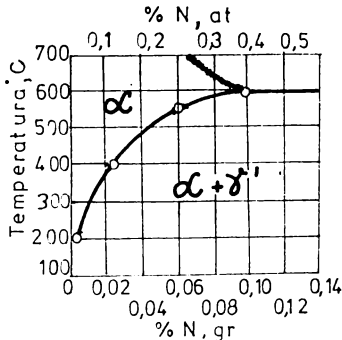


Fig.3.13. Variația solubilității azotului în faza α .

și din nitrura monofazică, Fe_3N , în cazul oțelurilor nealiate,

iar la cele aliate, și din nitruri ale elementelor de aliere, de tipul $(\text{Fe}, \text{Me})_3\text{N}$, nitruri mai mult sau mai puțin coerente cu soluția α . Gradul de coerență al nitrurilor cu soluția α scade cu creșterea temperaturii, acestea devenind grosolane și afectând caracteristicile stratului (în special, duritatea).

Analiza metalografică a fost completată cu analiza röntgenografică (fig.3.15a, b, c) [75], folosind un difractometru DRON-3, cu următoarele caracteristici: $U=30$ kV, $I=30$ mA, $\lambda_{\text{Co}}=1,79$ Å și anod de cobalt.

Analiza calitativă cu raze X scoate în evidență, față de cea metalografică, posibilitatea existenței, în același timp, în zona de combinație (fig.3.15b) a celor trei tipuri de nitruri (Fe_2N , Fe_3N și Fe_4N), în funcție de regimul de nitrurare ionică folosit (temperatură și durată, difuzia azotului depinzând direct de acești parametri), aspect ce confirmă mecanismul redat de reacțiile (3.2... 3.6), iar în zona de difuzie a unor nitruri și chiar carburi ale elementelor de aliere (fig.3.15c).

Morfologia stratului nitrurat ionic poate influența comportarea în exploatare (rezistența la coroziune, la șocuri și la oboseală) a produselor tratate [76], [77], respectiv existența stratului alb conduce la mărirea rezistenței la coroziune, în timp ce absența sa face să crească rezistența la șocuri și la oboseală, aspecte evidențiate cu pregnanță în capitolele următoare.

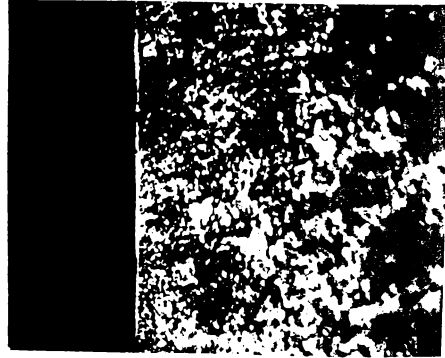


Fig.3.14. Microstructura stratului nitrurat ionic la $520^\circ\text{C}/8\text{h}$. Oțel 40Cr10. 500x.

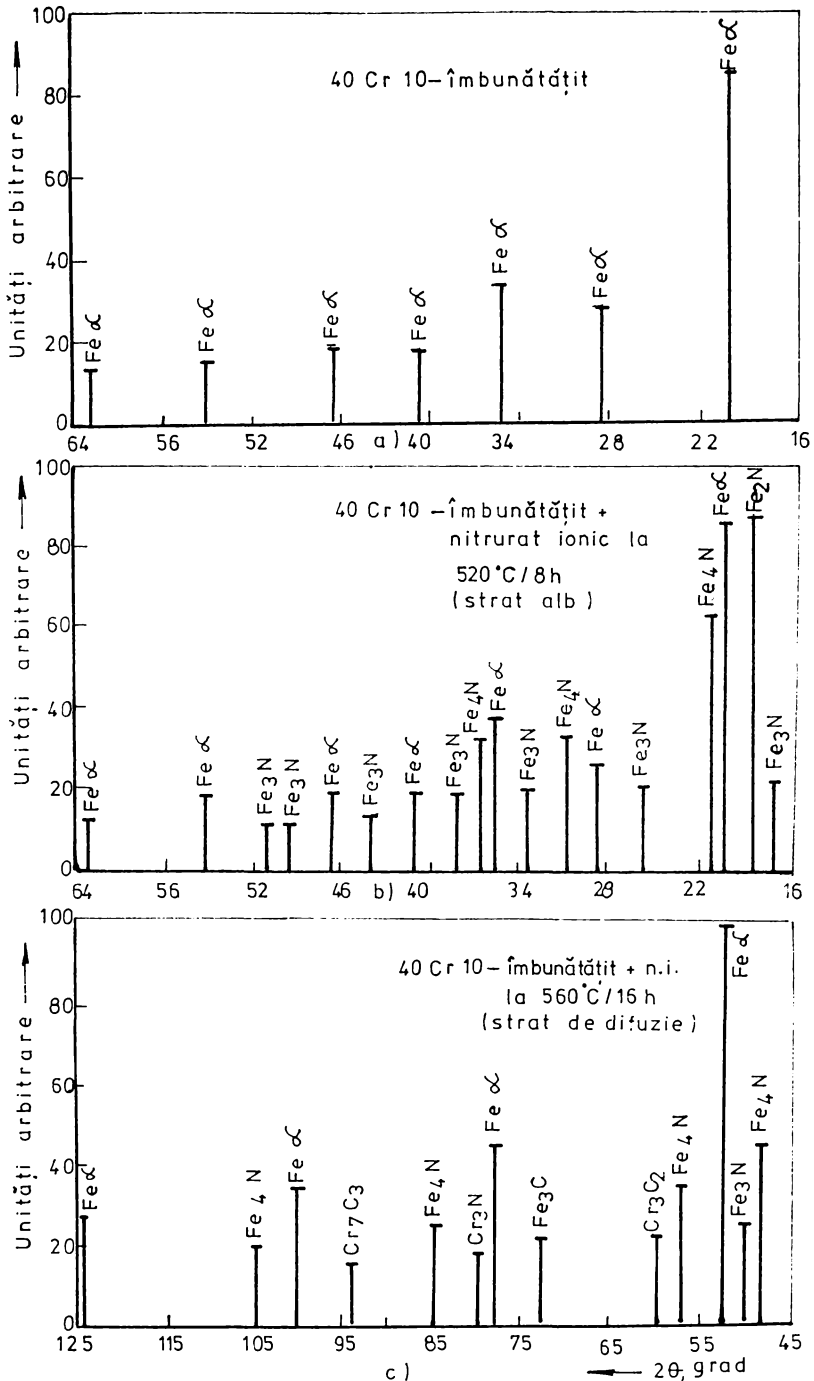


Fig.3.15. Difractogramele oțelului 40Cr10 în stările îmbunătățită (a) și nitrurată ionic la 520°C/8h (b-strat alb) și 560°C/16h (c-strat de difuzie).

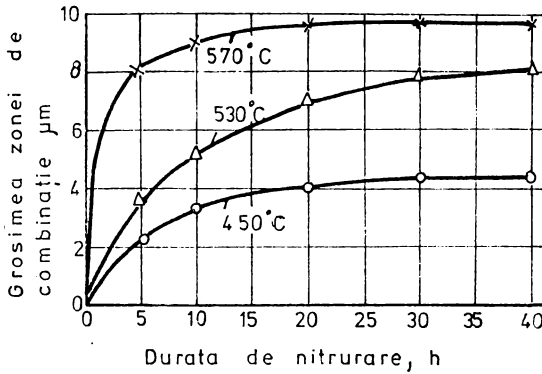


Fig.3.16. Grosimea zonei de combinație în funcție de durata și temperatura de nitrurare [78].

însă de efectul pulverizării catodice, care produce o pierdere permanentă, dar de valori foarte mici (de ordinul μm) de material.

3.3.2. Durata de nitrurare

Durata de menținere la temperatura de regim (de regulă, peste 500°C) are influență numai asupra existenței și naturii zonei de combinație, în sensul că mărirea ei, alături de creșterea temperaturii, conduce la obținerea unui strat monofazic (faza γ') cu o anumită grosime (fig.3.16, [78]), limitată

3.3.3. Compoziția gazului de lucru

Atmosfera de nitrurare ionică trebuie să conțină gazul activ (azotul), ca element de îmbogățire a suprafeței, aceasta putând fi amoniacul sau un amestec de gaze, unul din gaze fiind obligatoriu azotul. Gazul purtător este hidrogenul rezultat prin disocierea amoniacului sau introdus separat din butelie, el având un rol deosebit în procesul de nitrurare ionică (se știe că nitrurarea, indiferent de natura ei, nu se realizează numai în atmosferă de azot).

Compoziția gazului de lucru influențează, așa cum rezultă din cercetările efectuate, morfologia stratului nitrurat ionic, prin modificarea potențialului chimic al atmosferei. Acesta, la rândul lui, se modifică acționând asupra concentrației (procentului de participare) elementelor componente ale atmosferei de nitrurare.

3.3.3.1. Amoniac disociat ($25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$)

Amestecul format din o parte azot și trei părți hidrogen se obține prin disocierea termică a amoniacului, conform reacției de echilibru (3.7), în cuptorul de cracare (fig.3.7).

Nitrurarea ionică desfășurată în amoniac disociat conduce la formarea unui strat alcătuit numai din zona de difuzie, pentru un conținut mai scăzut de azot difuzat (temperatura și durata sunt reduse), iar la un conținut mai mare de azot, în condițiile unor temperaturi și durate mai ridicate, la obținerea unui strat constituit din ambele zone (de combinație și de difuzie), fig.3.14.

3.3.3.2. Amestec de azot și hidrogen în proporții diferite

Așa cum s-a subliniat în § 3.3.1 și § 3.3.2, asupra morfologiei stratului nitrurat ionic influență puternică exercită doar parametrii termotemporal, în cazul folosirii unei atmosfere formate din 25% azot și 75% hidrogen.

Posibilitatea modificării structurii stratului nitrurat ionic și, implicit, a proprietăților suprafețelor pieselor tratate, prin participarea procentuală diferită a gazului activ (azotul) și a gazului purtător (hidrogenul) față de starea inițială (amoniac disociat) este foarte puțin studiată în literatura de specialitate. În acest sens, echipamentul de alimentare separată cu azot și hidrogen (fig.3:8), proiectat de autorul acestei lucrări și realizat în regie proprie, permite studiul influenței hidrogenului în procesul de nitrurare ionică.

Cercetările efectuate pe amestecurile de 50% N_2 și 50% H_2 și, respectiv, de 75% N_2 și 25% H_2 au evidențiat faptul că stratul nitrurat ionic este alcătuit din cele două zone, indiferent de valorile temperaturii și duratei de nitrurare.

În ambele situații, prezența zonei de combinație pentru oricare dintre regimurile de nitrurare analizate folosind amoniac disociat ($T=480; 520; 560^{\circ}C$ și $\tau=8; 12; 16$ h) conduce la obținerea unor durități mai ridicate (§ 3.4.1), deci a unor rezistențe la uzare mai mari, dar și la diminuarea rezistenței la șocuri și la oboseală datorită unei anumite fragilități a acesteia (detalii prezentate în cap.5 și 6).

Analiza amănunțită a comportării straturilor nitrurate ionic în cele două variante de amestecuri de gaze nu face obiectul acestei lucrări, cercetarea aferentă fiind foarte laborioasă.

3.4. Influența parametrilor tehnologici asupra proprietăților straturilor nitrurate ionic

Calitatea nitrurării ionice este dată de calitatea stratului nitrurat, determinată, la rândul ei, de duritatea superficială și grosimea pe care stratul se extinde, de rezistența acestuia la uzare, la șocuri, la oboseală și la coroziune, precum și de calitatea (starea) suprafeței, de inexistența, pe cât posibil, a modificărilor dimensionale și de formă ale pieselor tratate.

3.4.1. Duritatea și grosimea

Duritatea (microduritatea) superficială și variația acesteia în limitele stratului nitrurat ionic depind de natura constituenților structurali și de distribuția lor în strat. Obținerea anumitor durități și grosimi de strat nitrurat presupune cunoașterea caracteristicilor fiecărui constituent din strat și a mecanismului de formare a lor, acționându-se, în acest sens, asupra parametrilor tehnologici de bază ai nitrurării ionice (temperatura și durata de nitrurare, compoziția și presiunea gazului de lucru).

A) Temperatura de nitrurare

Influența temperaturii de nitrurare atât asupra valorilor durității stratului cât și asupra gradientului de duritate (repartiției durității în adâncime), în condițiile menținerii constante a duratei de nitrurare, este evidențiată de familiile de curbe din fig.3.17a, b, c; fig.3.18a, b, c, d, e și fig.3.19a, b, c, pentru oțelurile studiate [50]. Se observă că duritatea scade pe măsura creșterii temperaturii, ca urmare a micșorării gradului de coerență al nitrurilor cu nitroferita și, totodată, a accentuării procesului de globulizare și de separare a lor în zona de difuzie. Detaliind și mai mult lucrurile, se poate spune că, la temperaturi de 480-520 °C, nitrurile precipitate sunt lamelare fine și coerente în totalitate cu soluția α (fig.3.20), deci se obțin duritățile cele mai ridicate; la temperaturi de 550-560°C apar nitruri lamelare mai mari (2-4 μ m), fig.3.21 [75], formarea acestora conducând la slăbirea parțială a coerenței, și are loc globulizarea lor, iar la temperaturi de peste 560°C se obțin nitruri mult mai mari (cca 10 μ m) și

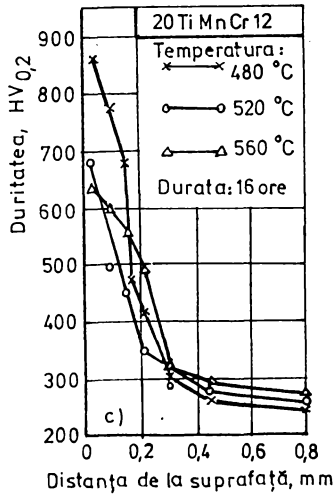
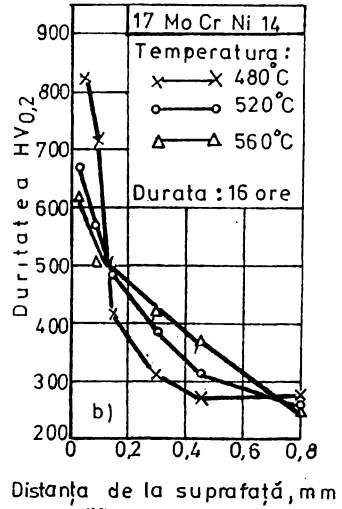
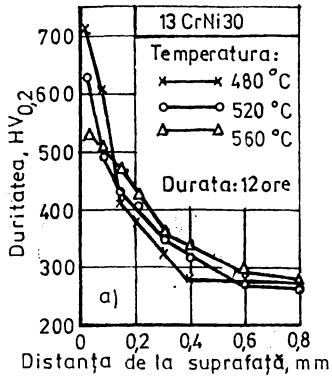


Fig.3.17. Variația microdurității în adâncimea de nitrurare, în funcție de temperatură, la durate constante de nitrurare, pentru trei oțeluri slab aliate cu conținut scăzut de carbon [50].

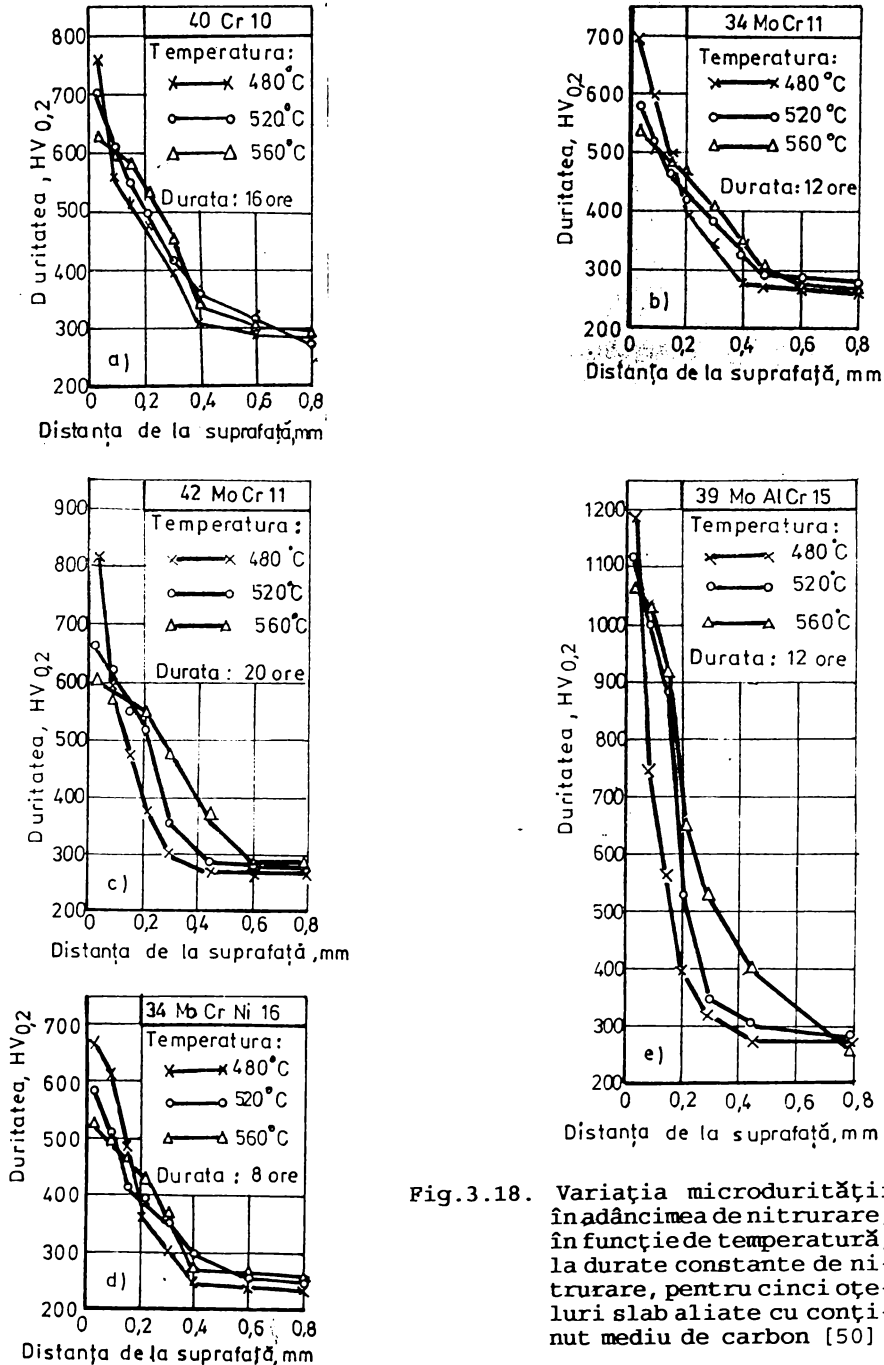


Fig.3.18. Variația microdurității în adâncimea de nitrurare, în funcție de temperatură, la durate constante de nitrurare, pentru cinci oțeluri slab aliate cu conținut mediu de carbon [50].

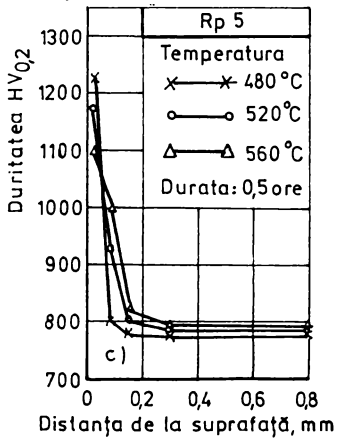
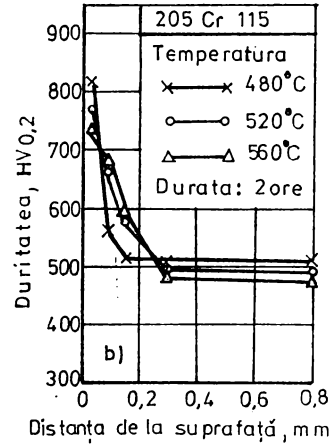
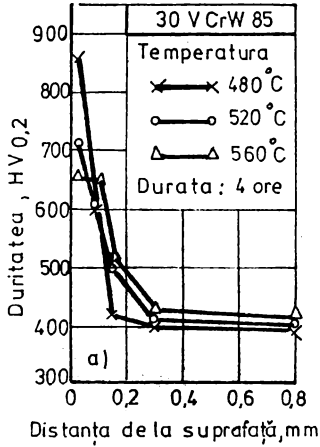


Fig.3.19. Variația microdureții în adâncimea de nitrurare, în funcție de temperatură, la durate constante de nitrurare, pentru trei oțeluri aliate și înalt aliate de scule [50].



Fig.3.20. Microstructura oțelului 40Cr10, nitrurat ionic la 520°C/24h. 500x, [75].



Fig.3.21. Microstructura oțelului 13CrNi30, nitrurat ionic la 560°C/12h. 500x, [75].

se produce separarea lor completă (pierderea totală a coerenței) de matrice, respectiv are loc coalescența lor, astfel că duritatea scade foarte mult. Duritatea maximă la oțelurile cercetate, slab aliate cu conținut scăzut de carbon, slab aliate cu conținut mediu de carbon, aliate și înalt aliate de scule, s-a obținut la adâncimea de 0,03 mm și la temperatura de 480°C, la diferite durate de nitrurare, deoarece la această temperatură s-a format cantitatea maximă de nitruri foarte fine coerente cu soluția α .

La oțelurile carbon (OLC 45 și OLC 60), duritatea zonei de difuzie (fig.3.22a, b c) [75] se datorează, în principal, nitroferitei, respectiv alierii feritei cu azotul a cărei solubilitate în Fe α crește odată cu creșterea temperaturii, și, într-o oarecare măsură, creșterii adâncimii de nitrurare, ca urmare și a creșterii duratei de nitrurare.

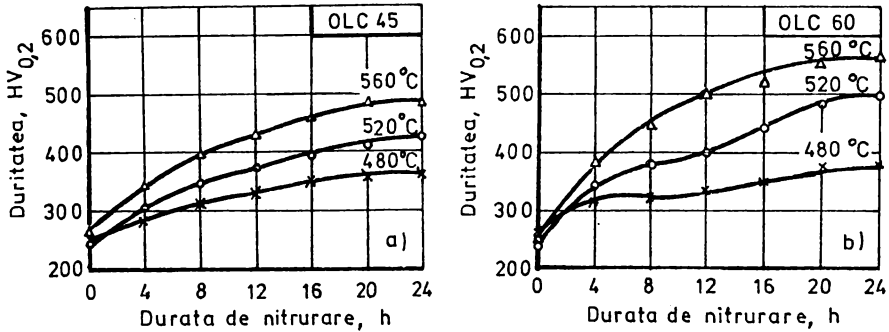


Fig.3.22. Influența temperaturii și duratei de niturare ionică asupra microdureții stratului obținut la oțelurile OLC 45 și OLC 60 [75].

B) Durata de niturare

Durata de menținere la temperatura de niturare influențează, îndeosebi, grosimea stratului niturat ionic, influența sa exercitându-se însă și asupra durezzații acestuia prin cantitatea și mărirea nitruurilor precipitate. În susținerea afirmațiilor făcute "vin" și graficele prezentate în fig.3.23a, b, c; fig.3.24a, b, c și fig. 3.25a, b, c, d, e [50].

Durata de niturare ionică este, în general, cuprinsă în intervalul 0,5-24 ore, valorile inferioare ale acestui interval (0,5-2 ore) aplicându-se la niturarea sculelor așchietoare executate din oțeluri rapide. În cercetările efectuate am ales șase valori de durate de menținere (4, 8, 12, 16, 20 și 24 de ore).

Din diagramele prezentate se observă că, pentru valorile mari (20 și 24 ore la oțelurile slab aliate de construcție și aliate de scule, respectiv 2 ore la Rp 5), tendința de reducere a durezzații este mai evidentă datorită coalescenței pronunțate a nitruurilor.

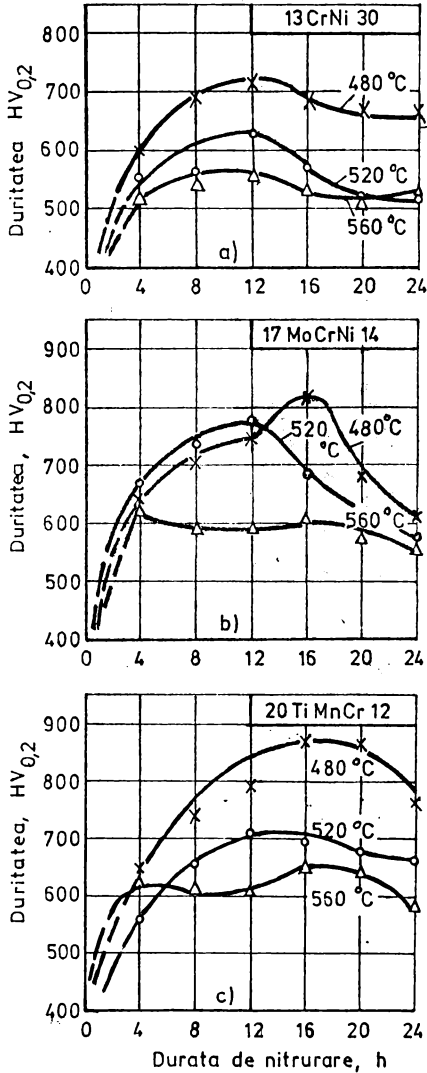


Fig.3.23. Variația microduriității în funcție de durata și temperatura de nitrurare, la oțelurile slab aliate și cu un conținut scăzut de carbon [50].

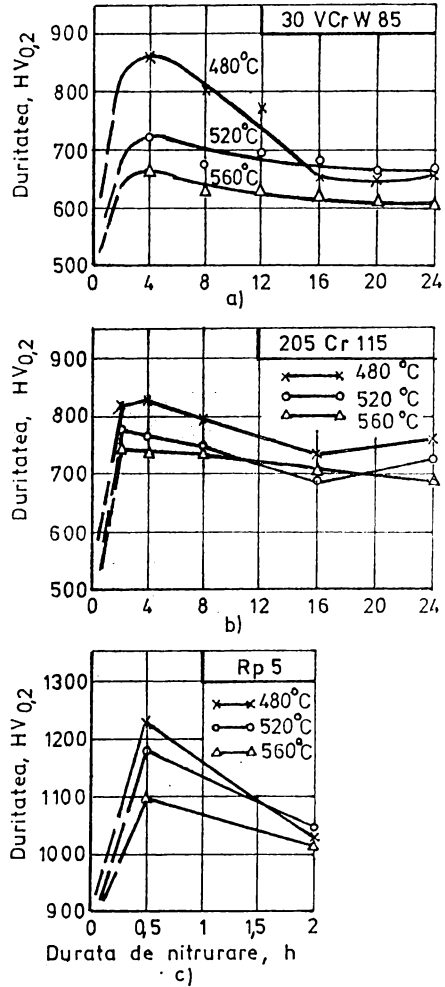


Fig.3.24. Variația microduriității în funcție de durata și temperatura de nitrurare, la oțelurile aliate și înalt alia-te de scule [50].

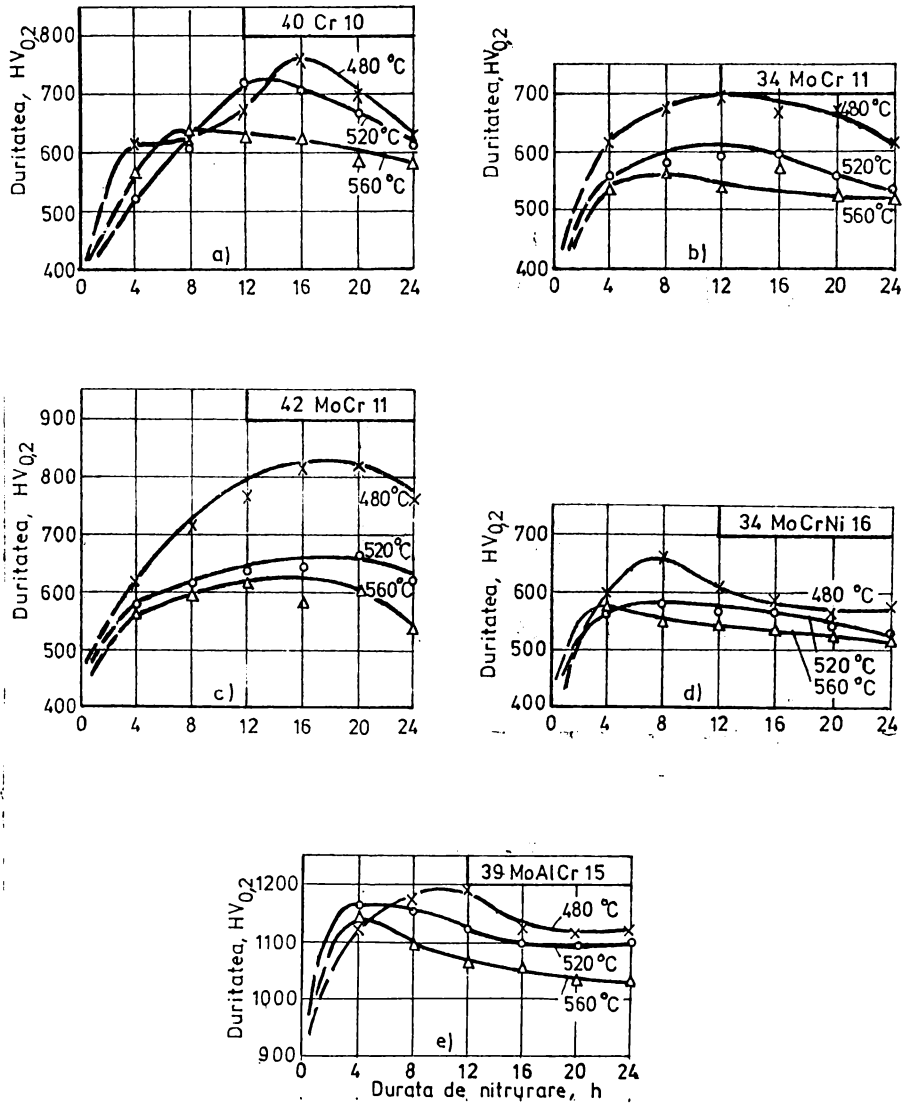


Fig.3.25. Variația microdureții în funcție de durata și temperatura de nitrurare, la oțelurile slab aliate și cu un conținut mediu de carbon [50].

Grosimea stratului nitrurat ionic constituie, alături de duritatea sa, un factor determinant în comportarea pieselor în exploatare. Ea depinde, așa cum rezultă și din fig.3.26 [79], de temperatura și durata de nitrurare, crescând cu creșterea valorilor acestora, deoarece în aceste condiții difuzia azotului este mai accentuată.

Estimarea cât mai fidelă a grosimii stratului nitrurat ionic pentru diferite regimuri de nitrurare reclamă metode și aparate de performanțe ridicate, care să redea cât mai obiectiv valorile experimentale.

Pe lângă metodele utilizate frecvent (metoda măsurării microdurității și metoda metalografică), specialiștii au introdus metode noi, care au la bază principii fizice (metode termoelectrice, electrice, magnetice sau chiar nucleare). În cele ce urmează, se prezintă, comparativ, metodele clasice cu una din cele patru metode fizice precizate mai înainte, respectiv cu metoda termoelectrică, și toate acestea cu metoda analitică.

a) Metoda măsurării microdurității

Această metodă are la bază variația microdurității în secțiunea transversală a unei probe martor, fiind cea mai des folosită. Grosimea se determină pe curba de variație a microdurității în adâncimea de nitrurare, ea definindu-se, conform STAS 12160-84 [80] și DIN 50190 (Germania), ca distanța de la suprafață până la un punct de tranziție P_t , a cărui microduritate este cu cel puțin 50 HV mai mare decât duritatea miezului (fig.3.27) [81].

Grosimea stratului nitrurat ionic mai poate fi definită și ca distanța la care se obține valoarea durității convenționale, HV_d (fig.3.28) [81], determinată cu relația:

$$HV_d = HV_{miez} + (HV_{max} - HV_{miez})/e, \quad [82], \quad (3.9)$$

în care:

HV_d este duritatea corespunzătoare grosimii stratului de difuzie, d ;

HV_{max} - duritatea maximă a suprafeței nitrurate;

HV_{miez} - duritatea miezului;

$e=2,72$ - baza logaritmului natural (curba de variație a microdurității are o formă aproximativ parabolică, deci inversă celei exponențiale).

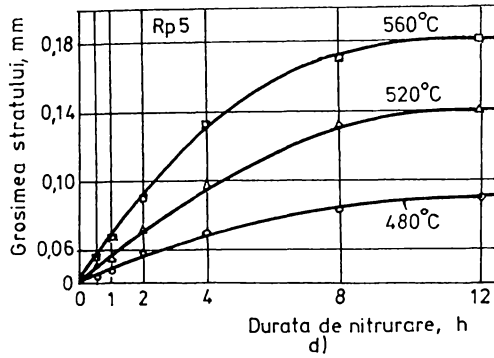
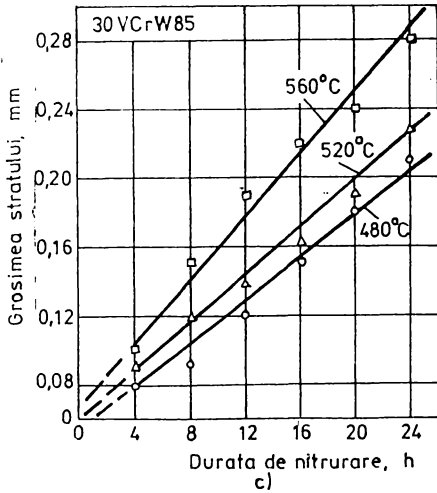
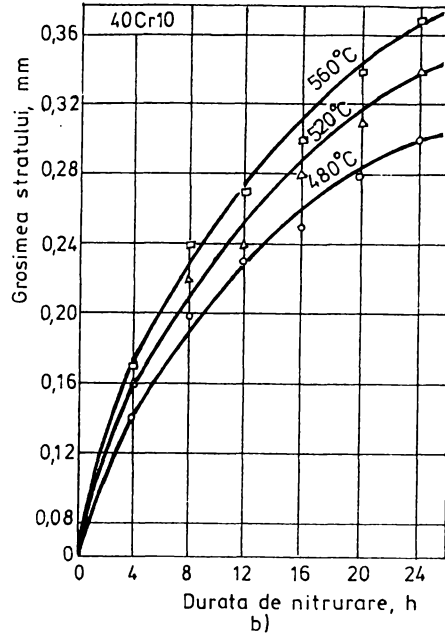
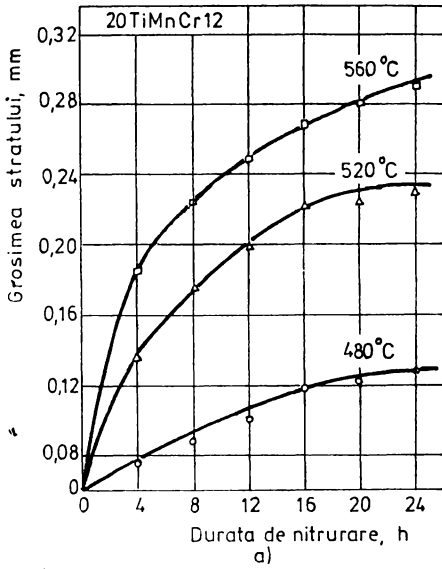


Fig.3.26. Variația grosimii stratului nitrurat ionic în funcție de temperatura și durata de nitrurare, pentru patru oțeluri reprezentative din cele cercetate [79].

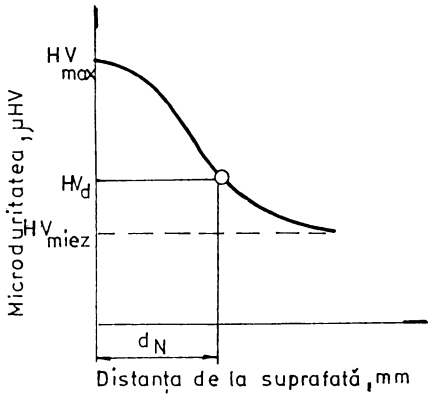


Fig.3.27. Determinarea grosimii stratului nitrurat ionic, conform STAS 12160-84, [80].

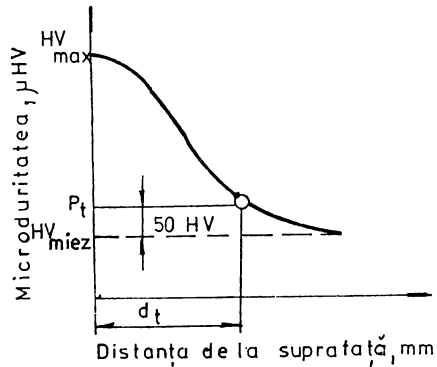


Fig.3.28. Determinarea grosimii stratului nitrurat ionic, conform sursei [81].

Analizând rezultatele obținute prin cele două variante de determinare a grosimii prin metoda măsurării microdurității, în aceleași condiții (material, regimuri de nitrurare, sarcină de încercare) de determinare, prin aplicarea metodei enunțate în sursa [82] rezultă o grosime mai mică față de metoda stipulată în STAS ($d_N < d_t$), respectiv o duritate mai mare ($HV_d > P_t$), fapt ce corespunde mai bine situațiilor care se pot ivi în exploatare (solicitări la uzare, la oboseală etc.). Curbele de variație a grosimii stratului prezentate în fig.3.26a, b, c, d s-au ridicat folosind relația (3.9).

b) Metoda metalografică

Metoda metalografică pentru determinarea grosimii constă în măsurarea la microscopul montat pe microdurimetru a distanței de la suprafață până la limita zonei de tranziție (strat nitrurat-miez), respectiv zona ce prezintă diferență de atac metalografic (culoare) față de miez (fig.3.29) [75].

Grosimea stratului nitrurat ionic este dată de valoarea mediei aritmetice a cinci măsurători, exprimată în mm sau μm .

Dintre metodele noi de determinare a grosimii stratului nitrurat ionic se prezintă metoda termoelectrică, care folosește un aparat numit TERMOTEST, de fabricație românească.

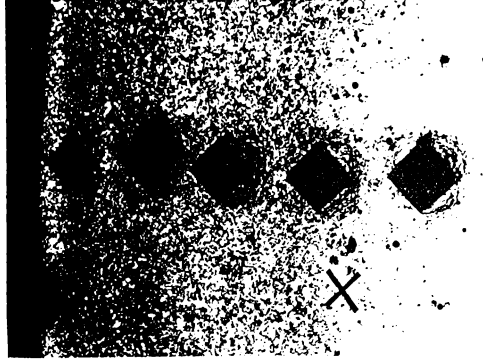


Fig.3.29. Determinarea grosimii stratului nitrurat ionic prin metoda metalografică.

c) Metoda termoelectrică

Metoda are la bază efectul termoelectric (Seebeck) de apariție a unei tensiuni electromotoare într-un circuit format din două metale diferite, sudate la ambele capete, în condițiile menținerii

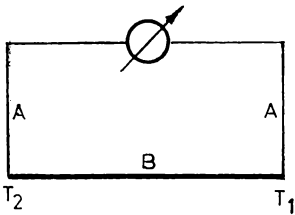


Fig.3.30. Montaj pentru determinarea tensiunii termoelectrice [83].

unor temperaturi diferite în cele două puncte de contact. În montajul din fig. 3.30 [83], temperaturile contactelor se păstrează constante, termocuplul fiind format dintr-un metal de referință și proba de măsurat, astfel că tensiunea termoelectrică nu mai este dată de diferența de temperaturi, ci ea este dependentă de structura (temperatura de transformare) și compoziția chimică (gradul de aliere) a (al) probei metalice.

Dacă diferența de temperatură, $T_1 - T_2$, este mică față de T_2 , atunci suma tensiunilor care apar de-a lungul circuitului este:

$$U = e_A(T_1 - T_2) + e_B(T_2 - T_1) = e_{AB}(T_1 - T_2), \quad (3.10)$$

în care:

- e_A ; e_B sunt coeficienți termoelectrice absoluți, în $\mu\text{V/K}$;
- $e_{AB} = e_A - e_B$ - coeficientul termoelectric absolut (coeficientul Seebeck), în $\mu\text{V/K}$.

Variația complexă a coeficientului termoelectric cu temperatura este reprezentată în fig.3.31 [83], în cazul fierului pur. Din diagramă se observă că, la temperaturi joase (300°C), apare un maxim corespunzător contribuției fononice (antrenarea electronilor de către oscilațiile rețelei cristaline), componentă a tensiunii termoelectrice. Curba de variație a coeficientului absolut Seebeck prezintă și un alt punct de inflexiune la 790°C, precum și un salt la tranziția de fază ($\text{Fe}\alpha \rightarrow \text{Fe}\gamma$), coeficientul schimbându-și semnul de la +0,75 $\mu\text{V}/\text{K}$ la -6,8 $\mu\text{V}/\text{K}$. Acest salt de cca 8 $\mu\text{V}/\text{K}$ oferă posibilități foarte avantajoase pentru controlul pieselor tratate.

În ceea ce privește influența alierii asupra coeficientului (tensiunii termoelectrice) se poate preciza că toate elementele de aliere micșorează coeficientul termoelectric al fierului (fig.3.32).

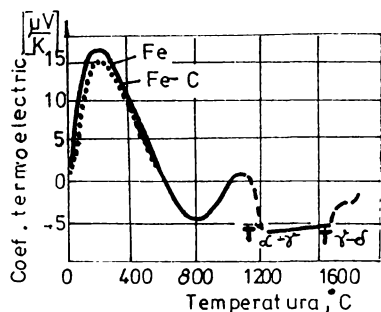


Fig.3.31. Dependenta coeficientului termoelectric de temperatură [83].

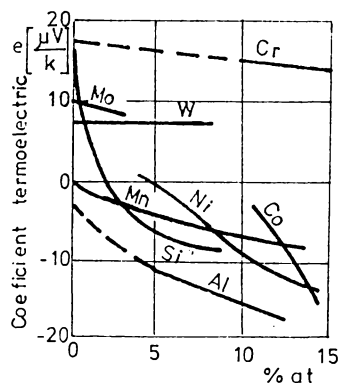


Fig.3.32. Influența elementelor de aliere asupra coeficientului termoelectric [83].

Analizând diagrama reiese că cel mai pronunțat efect îl are Si, aspect ce poate fi folosit și pentru controlul conținutului de Si din tolele de transformatoare.

Pentru măsurarea tensiunii termoelectrice în intervalul 20 - -100°C, respectiv a grosimii stratului nitrurat, la ISIM Timișoara s-a construit aparatul "Termotest cu sondă de palpăre", a cărui schemă de principiu este prezentată în fig.3.33 [83], iar vederea din fig.3.34 redă modul de determinare a grosimii pe probe din oțelul 40Cr10, nitrurate ionic la diferite regimuri.

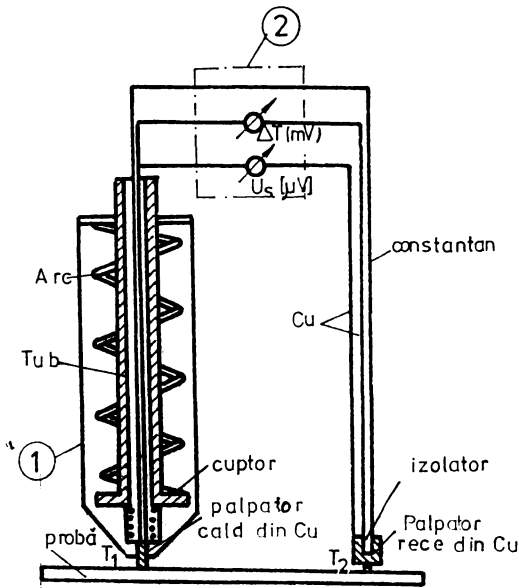


Fig.3.33. Schema de principiu a aparatului TERMOTEST [83].



Fig.3.34. Modul de determinare a grosimii stratului nitrurat ionic cu aparatul TERMOTEST.

Tensiunea termoelectrică (Seebeck) apare între cei doi electrozi de cupru, unul fiind încălzit la temperatura T_1 într-un cuptor de 3 W, iar celălalt fiind lăsat la temperatura ambiantă T_2 , și se măsoară cu microvoltmetrul, având valoarea U_s . Cuptorul cu vârful de palpate este fixat într-un tub de textolit, care se deplasează prin intermediul unui arc în interiorul carcasei sondei de palpate (1), executată tot din textolit. La efectuarea măsurătorilor, electrodul cald se apasă pe probă cu o forță de cca 20 N, suprafața de contact fiind de cca 1 mm².

Pentru determinări precise a tensiunii U_s , măsurătorile se efectuează la o diferență de temperatură $\Delta T < 70^\circ\text{C}$ (de obicei, 60°C), în funcție de curentul de încălzire, valoarea lui ΔT fiind înregistrată la un milivoltmetru care, împreună cu microvoltmetrul, face parte din unitatea de măsurare și alimentare (2). La așezarea sondei pe proba de controlat, temperatura vârfului de cupru variază lent până la max. 90°C , citind indicația microvoltmetrului (U_s) în momentul când la milivoltmetru se atinge tensiunea, în mV, cores-

punzătoare lui ΔT prescris. Cunoscând coeficientul termoelectric al cuprului ($e_{cu} = 1,7 \mu\text{V/K}$) și tensiunea Seebeck (U_s) măsurată, se poate calcula coeficientul termoelectric al probei (e_{AB}) cu relația:

$$e_{AB} = U_s/\Delta T + 1,7 [\mu\text{V/K}] \quad (3.11)$$

Schema de măsurare a grosimii este redată în fig.3.35, unde A este electrodul încălzit la temperatura T_1 , B este proba cu T_2 , iar C este stratul superficial. Între strat și miez există relația $T_1' < T_1$.

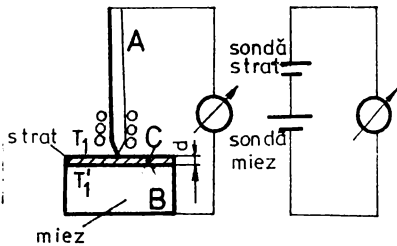


Fig.3.35. Schema de măsurare a grosimii stratului nitrat ionic [83].

Tensiunea termoelectrică din montaj rezultată se exprimă cu relația:

$$U_s = e_{AC}(T_1 - T_1') + e_{CB}(T_1' - T_2) \quad (3.12)$$

În cazul stratului nitrat, neexistând o suprafață de separare distinctă între strat și miez, coeficientul e_{CB} nu este definit și se înlocuiește cu e_{AB} , astfel că relația (3.12) devine:

$$U_s = e_{AC}(T_1 - T_1') + e_{AB}(T_1' - T_2) \quad (3.13)$$

În expresia (3.13) apar, așadar, două termocupluri legate în serie: sonda (electrodul)-suprafața stratului și sonda (electrodul)-miezul probei. Dacă stratul are o grosime mai mare de 1 mm și o conductivitate termică mare, atunci diferența $(T_1' - T_2)$ este practic zero, iar tensiunea termoelectrică nu va fi sensibilă la variația grosimii stratului. Cunoscând raza de contact r și temperatura T_1 a vârfului de palpăre, se poate deduce valoarea aproximativă a temperaturii T_1' , la adâncimea d , cu relația:

$$T_1' = T_1 / [1 + (3d/2r)]. \quad (3.14)$$

În fig.3.36a, b, c [84] se prezintă corelarea dintre tensiunea termoelectrică măsurată cu Termotestul și grosimea stratului nitrat ionic exprimată prin acea distanță de la suprafață la care se întâlnește duritatea HV_d , determinată cu relația (3.9). Probele

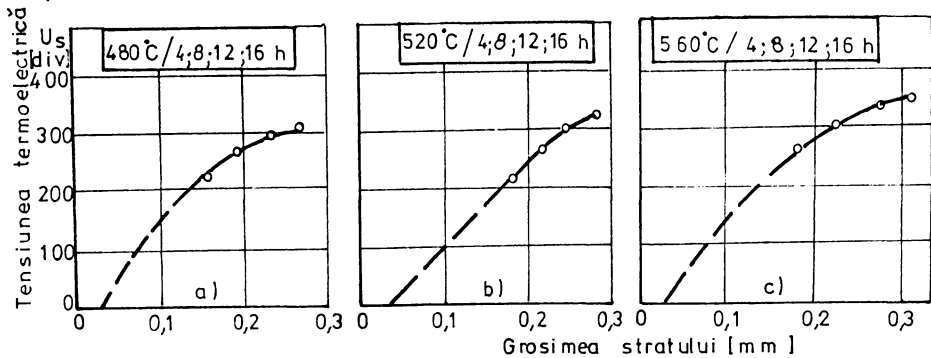


Fig.3.36. Variația tensiunii termoelectrice cu adâncimea la diferite regimuri de nitrurare ionică, la oțelul 40Cr10 [84].

au fost supuse nitrurării ionice la regimurile: 480; 520 și 560°C / 4; 8; 12; 16; 20; 24h (cele șase durate de menținere sunt aceleași pentru fiecare temperatură), pentru a obține diferite grosimi de strat. Din figură se observă că, până la o grosime de 0,3 mm, tensiunea termoelectrică variază destul de pronunțat, putându-se astfel măsura cu mare precizie grosimile straturilor nitrurate ionic.

d) Metoda analitică

Se bazează pe ecuația unidirecțională a difuziei:

$$\frac{\delta C}{\delta \tau} = D \frac{\delta^2 C}{\delta x^2}, \quad (3.15)$$

o soluție a acesteia având forma:

$$C = A \operatorname{erf}(x/2\sqrt{D\tau}) + B \quad [85] \quad (3.16)$$

Constantele de integrare (A), (B) se determină punând condițiile de univocitate (de limită):

- la momentul $\tau=0$ (inițial), $x>0$, rezultă $C = A \operatorname{erf}(\infty) + B$; dar funcția de eroare $\operatorname{erf}(\infty)=1$, deci: $C=A+B=0$ (difuzia azotului este nulă), respectiv $A=-B$;

- în suprafață ($x=0$), după scurgerea duratei de nitrurare ($\tau>0$), concentrația azotului la suprafață (C_s) atinge concentrația de saturație (25%, v.fig.3.13), deci $C=C_s$, respectiv $B=C_s$ ($\operatorname{erf} 0=0$).

Așadar, soluția (3.16) devine:

$$C = C_0 [1 - \operatorname{erf}(x/2\sqrt{D\tau})] \quad (3.17)$$

Pentru determinarea grosimii stratului nitrurat ionic, se definește, de exemplu, adâncimea la care se obține $C=0,5 C_0$, notată cu $x_{0,5}$; din relația (3.16) rezultă că $\operatorname{erf}(x_{0,5}/2\sqrt{D\tau})=0,5$, însă din [86] $\operatorname{erf}(0,477)=0,5$, deci $x_{0,5}/2\sqrt{D\tau}=0,477$, respectiv $x_{0,5}=0,954\sqrt{D\tau}$. Se știe că $D = D_0 \exp(-Q_a/RT)$, așadar $x_{0,5}=0,954 \sqrt{D_0\tau} \exp(-Q_a/RT) = A_1\sqrt{\tau} \exp(-B_1/T)$, A_1 și B_1 fiind constante de material.

Analog se determină și d_n :

$$d_n = x_n = A \sqrt{\tau} \exp(-B/T), \quad (3.18)$$

în care A și B sunt constante de material specifice fiecărui oțel, ele stabilindu-se cu relația (3.19) rezultată din (3.18) și, respectiv, (3.20) [87]:

$$A = d_1 \exp(B/T_1) \sqrt{\tau_1}, \quad (3.19)$$

$$B = T_1 T_2 \sqrt{\tau_2/\tau_1} \ln(d_1/d_2) / (T_1 - T_2), \quad (3.20)$$

în care $d_{1,2}$ sunt grosimile obținute la $T_{1,2}$ și $\tau_{1,2}$.

Relația generală (3.18) permite, deci, determinarea grosimii stratului nitrurat ionic pentru fiecare material tratat, respectiv prestabilirea parametrilor termotemporalii în funcție de grosimea dorită, deși între valorile calculate și cele determinate experimental, potrivit relației (3.9), există o oarecare diferență datorită influenței compoziției chimice (§ 3.4).

Aplicând metodologia prezentată la diferite oțeluri nitrurate ionic s-au obținut următoarele rezultate (din surse bibliografice):

- la oțelul 39MoAlCr15, $d_n = 37,8\sqrt{\tau} \exp(-5,24 \cdot 10^3/T)$ mm, respectiv ecuațiile de regresie: $d_{880^\circ\text{C}}=0,004+0,0359\sqrt{\tau}$; $d_{510^\circ\text{C}}=0,0065+0,0497\sqrt{\tau}$; $d_{340^\circ\text{C}}=0,01+0,06\sqrt{\tau}$ mm, τ în ore, [87], [88];

- la oțelul 42MoCr11, $d_n = 2,53\sqrt{\tau} \cdot \exp(-2616,6/T)$ mm, respectiv ecuațiile de regresie: $d_{550^\circ\text{C}}=0,104+0,076\sqrt{\tau}$; $d_{300^\circ\text{C}}=0,092+0,147\sqrt{\tau}$; $d_{150^\circ\text{C}}=0,107+0,174\sqrt{\tau}$ mm, [87]; [88].

Având în vedere calculele destul de laborioase, s-a apelat la programul **GRAPHER**, care are la bază metoda celor mai mici pătrate și cu care se poate determina o funcție simplă (de o singură variabilă), de tip: liniară, logaritmică, exponențială sau putere.

Relația (3.18) reprezintă, de fapt, o "funcție putere" de forma:

$$d_i = K_{\tau i} \cdot \tau^{\alpha i}, \quad (3.21)$$

în care :

$K_{\tau i}$ este un coeficient dependent de temperatură, deci o "funcție liniară" de forma: $K_{\tau i} = m_i T + n_i$, m_i și n_i fiind coeficienții de regresie;

α - exponent (pentru $\alpha=0,5$, relația 3.21 este identică cu relația 3.18), $i = 1 \dots 4$ - nr. oțelurilor la care s-a aplicat experimentul, $T = 480, 520, 560^\circ\text{C}$, $\tau = 4, 8, 12, 16, 20, 24$ h pentru fiecare temperatură.

Matricile - program pentru experimentele efectuate sunt redatăe în tabelele 3.4. și 3.5, pentru câte un oțel reprezentativ din cele patru grupe de oțeluri cercetate (20TiMnCr12, 40Cr10, 30VCrW85 și Rp 5).

Tabelul 3.4. Matricea - program pentru oțelurile slab aliate de construcție

Oțelul	20TiMnCr12			Oțelul	40Cr10		
$\tau \setminus T$	480	520	560	$\tau \setminus T$	480	520	560
4	0,06	0,11	0,15	4	0,13	0,15	0,16
8	0,10	0,16	0,21	8	0,19	0,22	0,24
12	0,12	0,21	0,26	12	0,23	0,25	0,27
16	0,13	0,24	0,29	16	0,26	0,29	0,31
20	0,14	0,26	0,31	20	0,28	0,32	0,35
24	0,15	0,28	0,33	24	0,31	0,35	0,38

Tabelul 3.5. Matricea - program pentru oțelurile de scule

Oțelul	30VCrW85			Oțelul	Rp 5		
$\tau \setminus T$	480	520	560	$\tau \setminus T$	480	520	560
4	0,08	0,09	0,11	0,5	0,02	0,03	0,04
8	0,10	0,12	0,15	1	0,03	0,05	0,07
12	0,13	0,14	0,19	2	0,05	0,07	0,09
16	0,15	0,17	0,22	4	0,07	0,10	0,14
20	0,18	0,20	0,24	8	0,08	0,13	0,18
24	0,20	0,22	0,27	12	0,10	0,15	0,19

Pentru perechile $d_n - \tau$ și la o anumită temperatură se identifică relațiile regresionale, astfel:

- pentru oțelul 20TiMnCr12:

$$d_{n1} = 0,032591 \tau^{0,496931};$$

$$d_{n2} = 0,053522 \tau^{0,531539};$$

$$d_{n3} = 0,082756 \tau^{0,444962},$$

$$K_{\tau1} = 0,625 \cdot 10^{-3} T - 0,271667;$$

- pentru oțelul 40Cr10:

$$d_{n1} = 0,068751 \tau^{0,476721};$$

$$d_{n2} = 0,080548 \tau^{0,462426};$$

$$d_{n3} = 0,085434 \tau^{0,470055};$$

$$K_{\tau2} = 0,251 \cdot 10^{-3} - 0,05;$$

- pentru oțelul 30VCrW85:

$$d_{n1} = 0,036477 \tau^{0,522015};$$

$$d_{n2} = 0,043181 \tau^{0,501072};$$

$$d_{n3} = 0,054221 \tau^{0,501604};$$

$$K_{\tau3} = 0,252 \cdot 10^{-3} - 0,0833;$$

- pentru oțelul Rp 5:

$$d_{n1} = 0,030865 \tau^{0,498594};$$

$$d_{n2} = 0,046922 \tau^{0,496444};$$

$$d_{n3} = 0,063513 \tau^{0,489249};$$

$$K_{\tau4} = 0,375 \cdot 10^{-3} T - 0,14833.$$

Analizând datele prezentate, se observă că valorile parametrului α variază în jurul valorii de 0,5, respectiv minima este de 0,444962, iar maxima de 0,531539, în timp ce valoarea medie este de 0,490967, deci foarte aproape de 0,5, ceea ce înseamnă că pro-

gramul folosit se poate aplica pentru determinarea, cu precizie ridicată, a grosimii, relația (3.18) fiind, așadar, respectată.

C) Presiunea și compoziția gazului de lucru

Presiunea gazului de lucru la nitrurarea în plasmă este cuprinsă în intervalul 0,1-10 torr (fig.3.37) și este influențată de mărimea și forma pieselor care alcătuiesc șarja. Valorile inferioare (0,1-0,3) se folosesc în timpul curățirii șarjei prin pulverizare catodică și în situațiile în care se urmărește obținerea unor zone de combinație de grosime redusă (solicitări mari la oboseală). La aceste presiuni, probabilitatea lovirii între ele a particulelor electrice este redusă, impactul ionilor cu catodul (piesa) este puternic, retroîmprăștierea particulelor fiind ridicată, iar probabilitatea retrodifuziei minimă, astfel că nitrurarea nu se realizează

Presiunile mai mari [1-5(10) torr] se folosesc în procesul de nitrurare, presiuni la care pulverizarea catodică este mică și

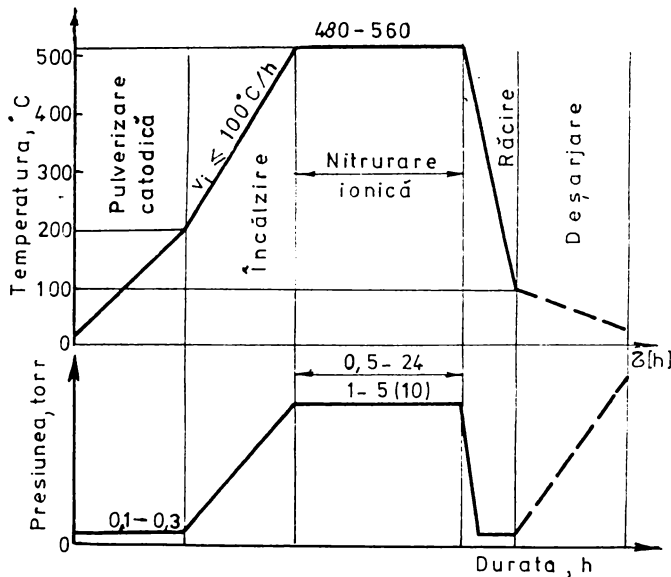


Fig.3.37. Ciclograma tratamentului termochimic de nitrurare ionică (în plasmă).

retrodifuzia mare, obținându-se straturi nitrurate cu zonă de combinație de grosime mai mare și zonă de difuzie corespunzătoare cu parametrii termotemporali aplicați.

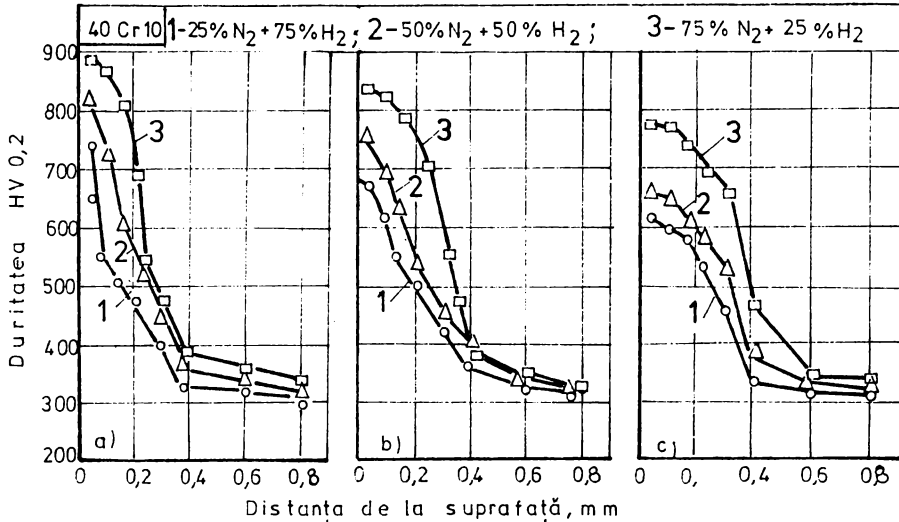


Fig.3.38. Variația durității în adâncimea de nitrurare în funcție de procentul de participare al N₂ și H₂, pentru diverse regimuri (a-480°C/16h; b-520°C/16h; c-560°C/16h).

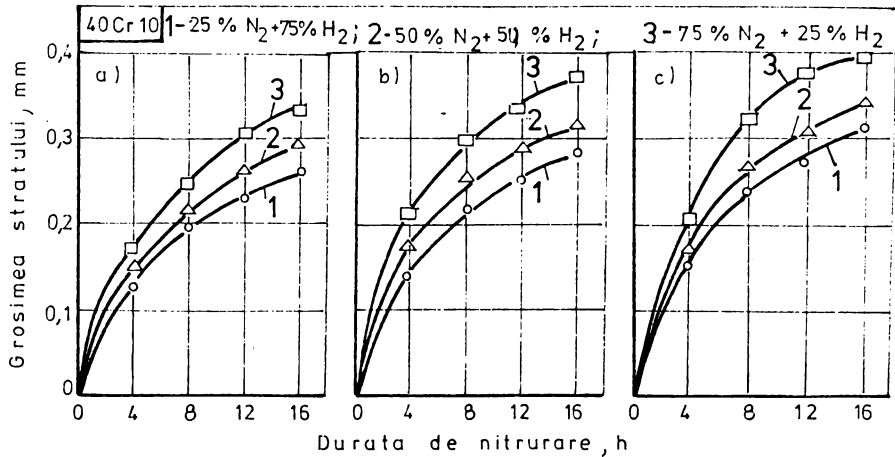


Fig.3.39. Variația grosimii stratului nitrurat ionic în funcție de procentul de participare al N₂ și H₂, pentru trei temperaturi (a-480°C; b-520°C; c-560°C).

Răcirea șarjei se efectuează la presiuni foarte mici, practic în lipsa gazului de lucru, până la cca 100°C, temperatură la care se introduce aer în retortă pentru deșarjare.

Compoziția atmosferei de nitrurare ionică influențează morfologia stratului superficial, deci și duritatea și grosimea acestuia. Cercetările efectuate (fig.3.38a, b, c și fig.3.39a, b, c) arată că atât duritatea cât și grosimea sunt mai mari la amestecuri bogate în azot, respectiv la amestecul cu 75% N₂ + 25% H₂, față de 50%N₂+ + 50% H₂ și față de NH₃ disociaț (25% N₂ + 75% H₂). Această creștere se datorează, pe de-o parte, faptului că, la conținuturi mai mici de hidrogen, se mențin la valori ridicate parametrii electrici ai nitrurării (densitatea curentului, tensiunea și puterea specifică), fig.3.40 [89], respectiv bilanțul energetic este influențat pozitiv.

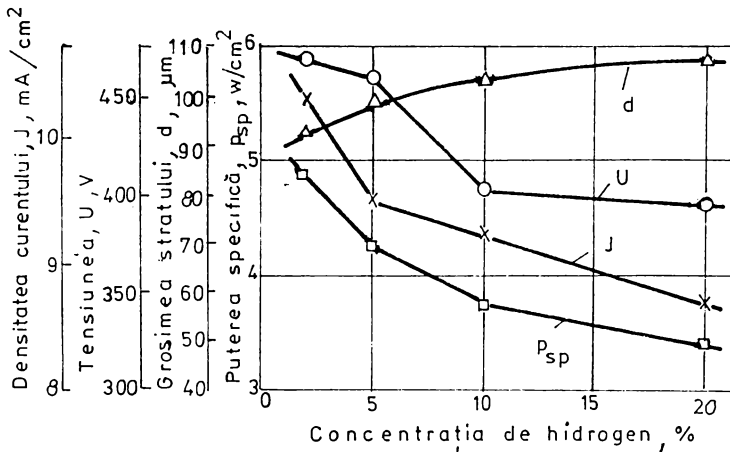


Fig.3.40. Influența hidrogenului din amestecul N₂+H₂ asupra parametrilor nitrurării ionice a oțelului 13X11H2B2Mo, la regimul: 600°C/1h/10 torr [89].

iar pe de altă parte, la conținuturi mai mari de azot și în condițiile alegerii corespunzătoare a parametrilor termotemporal, rezultă o cantitate mai mare de nitruri fine coerente cu nitroferita (duritate ridicată), iar azotul difuzează pe o adâncime mai mare.

3.4.2. Tenacitatea (fragilitatea)

Tenacitatea stratului nitrurat ionic este o proprietate foarte importantă în exploatarea produselor sub acțiunea unor sollicitări variabile, însă este mai puțin analizată deoarece presupune existența unor aparate (dispozitive) de mare precizie.

În practica tratamentelor superficiale se aplică, mai frecvent dar cu precizii diferite, următoarele metode:

- metoda amprentei de duritate Vickers;
- metoda îndoirii probei;
- metoda răsucirii probei.

3.4.2.1. Metoda amprentei de duritate Vickers

Tenacitatea relativă se poate aprecia după aspectul amprentei de duritate Vickers, respectiv în jurul acesteia să nu existe fisuri, iar marginile ei să fie bine conturate. Amprețele lăsate de penetratorul cu vârf piramidal de diamant al aparatului Vickers la

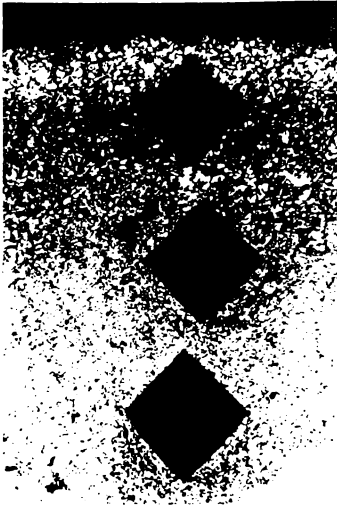


Fig.3.41. Amprețe de duritate Vickers în adâncimea de nitrurare. 250x.

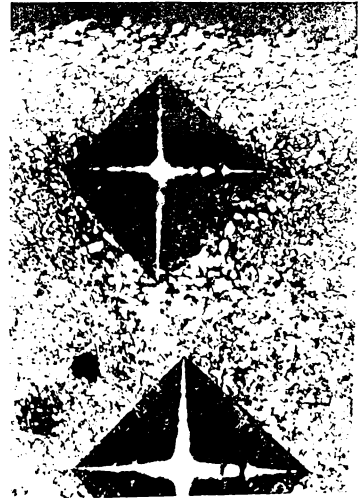


Fig.3.42. Conturul unei amprente Vickers. 500x.

forța de încercare de 5 daN (HV_5), fig.3.41 și fig.3.42, lipsite de fisuri și cu un contur bine delimitat, arată că straturile nitrurate ionice au o bună tenacitate, datorită zonei de combinație monofazice (faza γ') cu o grosime foarte mică sau a inexistenței acesteia (ca în fig.3.41) prin aplicarea unor regimuri de nitrurare ionică corespunzătoare.

Metoda, deși are o precizie de determinare mai scăzută (depinde de modul de interpretare a amprentei de către operator), este mai la "îndemână", fiind necesar doar un durimetru Vickers.

3.4.2.2. Metoda îndoirii probei

Această metodă constă din îndoirea probelor nitrurate ionic și înregistrarea emisiei acustice [90], care însoțește apariția primei fisuri, forma (epruvete cu creștătură U) și dimensiunile probelor și principiul de încercare fiind redată în fig.3.43.

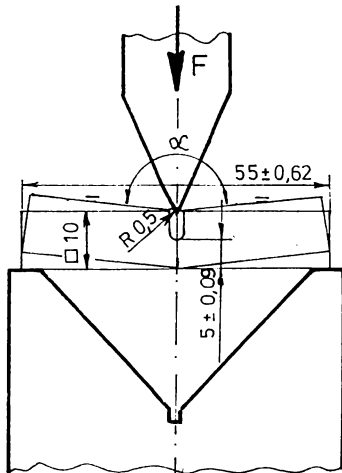


Fig.3.43. Principiul încercării la îndoire.

Epruvetele supuse încercării au fost nitrurate ionic la regimurile prezentate în tabelul 3.6, aceleași pentru fiecare din cele trei stări antenitrurare (recoacere, normalizare și îmbunătățire), ele fiind executate din oțelul 40Cr10 și având secțiunea de 5×10 mm²; îndoirile s-au efectuat pe presa cu acționare manuală existentă în laboratorul de tratamente termice, iar înregistrarea acustică s-a realizat cu ajutorul unui montaj microfon-casetofon (fig.3.44).

În tabelul 3.6 se prezintă caracteristicile stratului nitrurat ionic (duritatea și grosimea) și valorile unghiului de îndoire până la apariția primei fisuri, determinate cu ajutorul unui microscop de sculărie, iar în fig.3.45 o epruvetă îndoită și aspectul suprafeței fisurate după îndoire (fisura cuprinde toată lățimea epruvetei).

Tabelul 3.6. Valorile unghiului de îndoire

Starea antenitrurării	Regimul de nitrurare ionică		Duritatea stratului nitrurat ionic	Grosimea stratului nitrurat ionic	Unghiul de îndoire	
	T, °C	τ , h			HV _{max}	d, mm
					α , °	α , °
Recoaptă	480	8	773	0,22	137	178°58'
		12	753	0,25		178°37'
		16	726	0,29		178°24'
	520	8	687	0,25		178°46'
		12	649	0,27		178°33'
		16	613	0,32		178°20'
	560	8	657	0,28		178°41'
		12	624	0,33		178°30'
		16	578	0,37		178°16'
Normalizată	480	8	918	0,18	163	179°37'
		12	866	0,22		179°02'
		16	726	0,26		178°43'
	520	8	795	0,21		179°22'
		12	773	0,24		179°14'
		16	695	0,27		179°03'
	560	8	670	0,25		179°17'
		12	632	0,27		179°11'
		16	620	0,30		178°59'
Îmbunătățită	480	8	788	0,19	161	179°39'
		12	773	0,23		179°22'
		16	746	0,26		178°19'
	520	8	726	0,22		179°05'
		12	713	0,25		178°49'
		16	677	0,28		178°41'
	560	8	649	0,24		178°55'
		12	616	0,27		178°36'
		16	605	0,31		178°24'

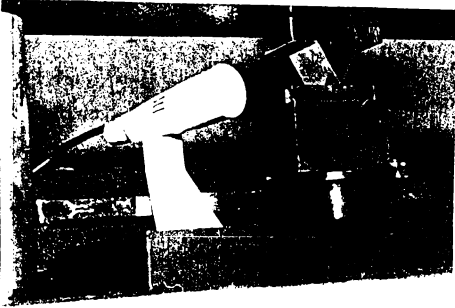


Fig.3.44. Instalația experimentală.



Fig.3.45. Proba îndoită și aspectul fisurii.

În fig.3.46, 3.47 și 3.48 se evidențiază variația unghiului de îndoire cu regimul de nitrurare, pentru cele trei stări antenitrurare, iar în fig.3.49 variația unghiului de îndoire în funcție de durata de nitrurare, la o temperatură constantă (de ex., la 560 °C), comparativ, în cele trei stări considerate.

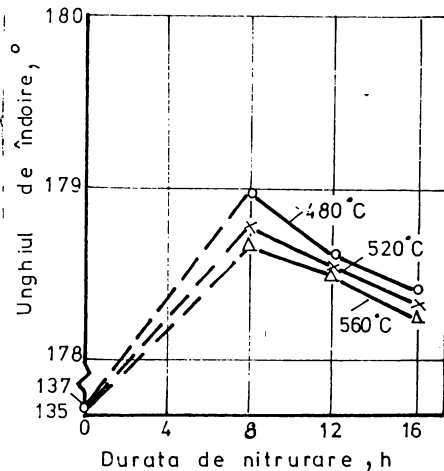


Fig.3.46. Variația unghiului de îndoire în cazul epruvetelor recoapte și nitrurate ionic.

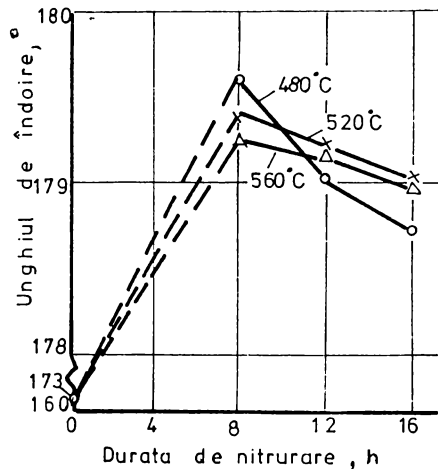


Fig.3.47. Variația unghiului de îndoire în cazul epruvetelor normalizate și nitrurate ionic.

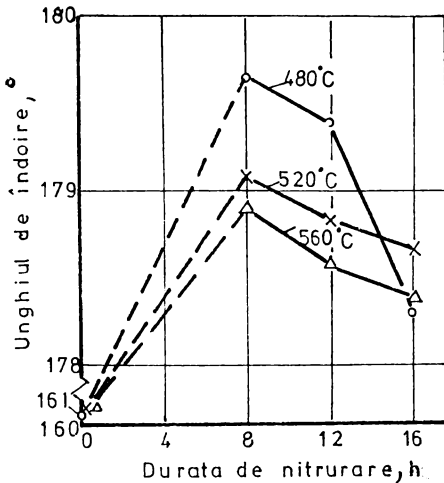


Fig.3.48. Variația unghiului de îndoire în cazul epruvetelor îmbunătățite și nitrurate ionic.

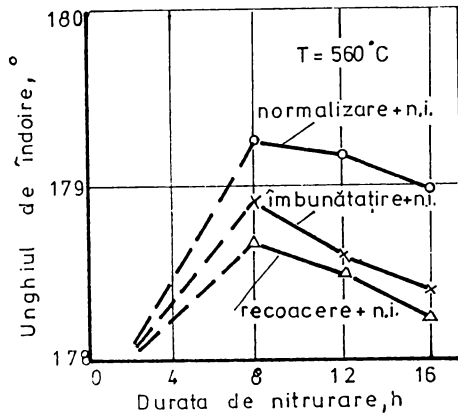


Fig.3.49. Variația unghiului de îndoire cu durata nitrurării ionice, la temperatura de 560°C, comparativ, în cele trei stări.

Analizând valorile unghiului de îndoire în corelație cu caracteristicile stratului nitrurat ionic (duritatea maximă și grosimea), se observă următoarele:

- valorile unghiului de îndoire până la apariția primei fisuri scad cu creșterea atât a temperaturii cât și a duratei de nitrurare ionică; pentru toate cele trei stări antenitrurare, respectiv cu scăderea durității și creșterea grosimii zonei de difuzie, deși este prezentă și zona de combinație (γ'); cea mai mică valoare de unghi (îndoirea-săgeata cea mai mare) s-a obținut la epruveta recoaptă și nitrurată ionic la 560°C/16h (178°16'), miezul având duritatea cea mai mică (283 HV_{0,2}) și unghiul cel mai mic (137°);

- aceeași lege de variație se regăsește și în cazul durității straturilor nitrurate (de ex., de la 788 HV_{0,2}, obținută la 480°C/8h, la 605 HV_{0,2}, rezultată la 560°C/16h, pe epruvetele îmbunătățite);

- adâncimea de nitrurare, în schimb, crește cu mărirea parametrilor termotemporalii (de ex., la aceleași epruvete și regimuri, de la 0,19 mm, la 0,31 mm);

- în concluzie, indiferent de starea antenitrurare, straturile nitrurate ionic sunt cu atât mai tenace cu cât duritatea lor este mai mică, iar grosimea mai mare,

3.4.2.3. Metoda răsucirii probei

Aprecierea fragilității stratului nitrurat ionic prin metoda răsucirii unor epruvete de formă cilindrică, având diametrul de 6mm în secțiunea principală, se face prin înregistrarea unghiului de torsiune până la apariția primei fisuri cu ajutorul unui dispozitiv de răsucire acționat manual [91], [92], deci cu turație foarte mică, din motive de precizie în determinarea unghiului de fisurare.

Cercetările experimentale au arătat că stratul nitrurat ionic are o tenacitate mai bună decât stratul nitrurat în gaz, deoarece în urma nitrurării ionice se poate obține un strat de combinație monofazic și de grosime foarte mică sau poate să lipsească.

În sprijinul celor afirmate, fig.3.50 [93] prezintă curbele "moment-unghi de torsiune" pentru epruvete executate din oțelul 32CrMoV12.10, nitrurate ionic la diferite regimuri, comparativ cu nitrurarea gazoasă, reliefând următoarele:

- în fig.3.50a, stratul nitrurat ionic la 500°C/16h este lipsit de zona de combinație, iar zona de difuzie are o grosime de 90 μm , astfel că prima fisură apare la un unghi de torsiune de 156°, ceea ce face ca acest regim să fie aplicat pieselor solicitate la sarcini dinamice foarte mari și la uzare (930 HV_{0,2});

- în fig.3.50b, la o nitrurare ionică la 550°C/16h, când apare zona de combinație (γ' =5-7 μm) iar zona de difuzie are 55 μm , prima fisura a fost evidențiată după o răsucire la 97°, regimul respectiv recomandându-se pieselor solicitate atât dinamic cât și la uzare;

- în fig.3.50c, la un regim de nitrurare ionică (510°C/24h) ce a condus la formarea fazei ϵ (12-16 μm), zona de difuzie lipsind prima fisură apare la 34°, deci o fragilitate sporită a stratului, astfel că regimul se poate aplica doar pieselor supuse uzării;

- în fig.3.50d, epruveta fiind nitrurată în gaz la 500°C/30h prezintă o zonă de combinație bifazică ($\gamma'+\epsilon$) și o zonă de difuzie cu segregării de carbonitruri la marginea grăunților, structură ce face ca prima fisură să apară la un unghi de numai 25° și să fie urmată și de alte fisuri, care conduc la exfolierea stratului marginal (situație nedorită).

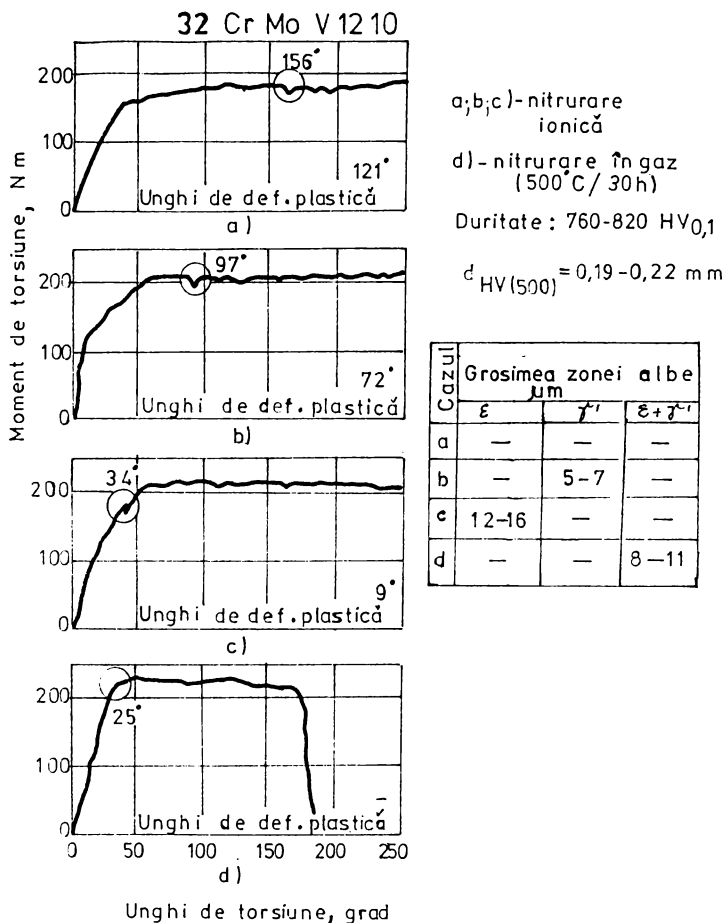


Fig.3.50. Variația fragilității straturilor nitrurate ionic și în mediu gazos [93].

Din cele precizate, rezultă că tenacitatea stratului nitrurat depinde de existența și natura zonei de combinație, în corelare cu zona de difuzie, respectiv structura lipsită de zona de combinație (stratul alb) și cea care prezintă o zonă formată numai din nitrura monofazică γ' (Fe,N), structuri obținute doar prin nitrurare ionică, au tenacitatea cea mai ridicată. De aici, reiese unul din principalele avantaje ale nitrurării ionice (în plasmă) față de nitrurarea clasică (gazoasă), aspect pentru care nitrurarea ionică este preferată.

3.4.3. Starea de tensiuni

Tensiunile interne din materialele metalice constituie un factor foarte important de care trebuie să se țină seama la fabricarea și exploatarea mașinilor, utilajelor, a construcțiilor mecanice, în general. Obținerea unor tensiuni reziduale favorabile (de compresiune) în suprafața pieselor conduce la îmbunătățirea caracteristicilor lor mecanice (rezistența la oboseală). Tensiunile de compresiune din stratul superficial pot fi generate fie pe cale mecanică (prin sablare cu alice, roluire etc.), fie prin tratamente de suprafață (căliri superficiale și tratamente termochimice). Formarea stratului nitrurat ionic (zonei de difuzie) este însoțită întotdeauna de o mărire a volumului specific, în timp ce miezul, având tensiuni de întindere rezultate în urma tratamentelor antenitrurare, se opune acestei mărituri, astfel că în suprafață apar tensiuni de compresiune.

Pentru stabilirea nivelului real al tensiunilor și repartiția lor în adâncimea de nitrurare se recurge la diverse metode: magnetice, mecanice, prin dilatare termică, corodare, analiză röntgenografică, aceasta din urmă fiind cea mai importantă.

Prin intermediul difracției cu raze X se determină tensiunile reziduale de compresiune (de ordinul al II-lea) din stratul nitrurat ionic cu o grosime de până la 0,5 mm, stabilindu-se pe curba de variație și domeniul de tensionare maximă.

Folosirea razelor X în analiza röntgenostructurală se bazează pe proprietățile cristalelor de a difracta (reflecta) aceste raze sub un unghi θ . Difracția razelor X de către cristale este un fenomen de difuzie, la care participă un mare număr de atomi. Într-un cristal, atomii fiind distribuiți ordonat, undele dispersate de diferiți atomi ai cristalului vor interfera, în unele direcții întărindu-se, în alte direcții anulându-se. Direcțiile, în care razele X dispersate interferează pozitiv întărindu-se, corespund planelor cristalografice. Interferența pozitivă se obține dacă este îndeplinită legea lui Bragg [94]:

$$2d \cdot \sin\theta = n\lambda, \quad (3.22)$$

unde: d este distanța dintre planele cristalografice (de indicii lui Miller-hkl);

θ - unghiul de difracție Bragg;

λ - lungimea de undă monocromată a radiației incidente;

n - ordinul de difracție.

Apariția tensiunilor de compresiune în stratul nitrurat duce la variația relativă a parametrului de rețea $\Delta a/a$. Conform legii lui Hooke, din teoria elasticității, tensiunea σ este proporțională cu $\Delta a/a$, sub forma:

$$\sigma = - (\Delta a/a) \cdot (E/\nu) \text{ [N/mm}^2\text{]}, \quad (3.23)$$

unde: E este modulul de elasticitate longitudinal ($2,1 \cdot 10^5$ N/mm²);

ν - coeficientul lui Poisson (0,25).

Pentru calculul variației relative a parametrului de rețea $\Delta a/a$ se recomandă următoarea relație de calcul [95]:

$$\Delta a/a = (\sqrt{B^2 - B_0^2}) \cos^2 2\theta / 4\alpha A \cdot \text{tg}\theta, \quad (3.24)$$

în care:

B_0 este semilărgimea liniei de difracție (suprafața curbei de difracție raportată la de două ori înălțimea ei) a probei etalon (în stare antenitrurare);

B - semilărgimea liniei de difracție a probei nitrurate;

A - distanța probă - contor înregistrator (192 mm);

α - raportul dintre viteza hârtiei și a contorului [(240 mm/h)/(1°/min)];

θ - unghiul de difracție Bragg pentru linia de difracție considerată.

Introducând relația (3.24) în relația (3.23) se obține relația (3.25) de determinare a tensiunilor reziduale, care are forma:

$$\sigma_{\text{rez}} = - (\sqrt{B^2 - B_0^2}) \cos^2 2\theta \cdot E / 4\alpha \nu A \cdot \text{tg}\theta \quad (3.25)$$

Epruvetele cu creștătură în U, executate din 40Cr10 și lustruite, au fost analizate cu ajutorul unui difractometru cu raze X, Dron 3 (fig.3.51). Zonele explorate cu raze X pe epruvetele cercetate s-au situat la o distanță de 0,3-0,5 mm de baza creștăturii.

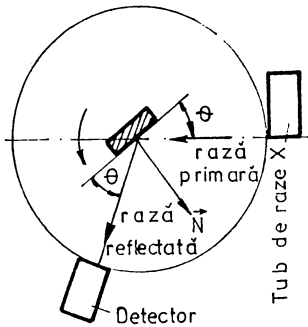


Fig.3.51. Schema unui difractometru tip Dron 3.

Radiația X folosită a fost dată de un tub cu anod de Mo, având $\lambda = 0,71 \text{ \AA}$ ($U = 30 \text{ kV}$; $I = 30 \text{ mA}$). Cu această radiație imaginile de difracție sunt realizate de familia de plane (321) a liniei fierului α , de unghi $\theta = 27,6^\circ$.

Datorită prezenței tensiunilor reziduale, familiile de plane de indici (321) suferă o comprimare, modificându-se distanțele interplanare d_{321} , fapt evidențiat în fig.3.52, fig.3.53 și fig.3.54.

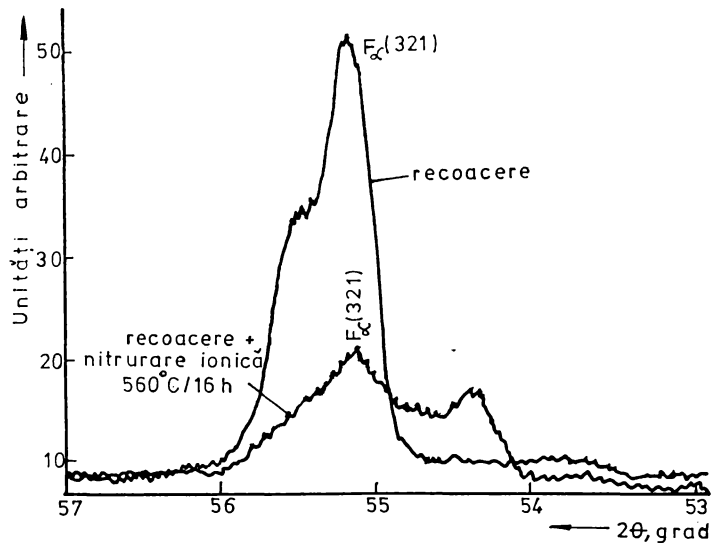


Fig.3.52. Curbele de difracție obținute pe epruvete din 40Cr10 în stările recoaptă și nitrurată ionic ($560^\circ\text{C}/16\text{h}$).

Datorită puterii de pătrundere mici a radiației X în probă ($0,01 \dots 0,02 \text{ mm}$), relația (3.25) stabilește numai starea de tensiune superficială. Astfel, în histograma din fig.3.55 se arată natura (tensiuni de compresiune sau de întindere) și valorile maxime ale acestora, în suprafața probelor, în stările antenitrurare și în starea nitrurată ionic la diferite regimuri.

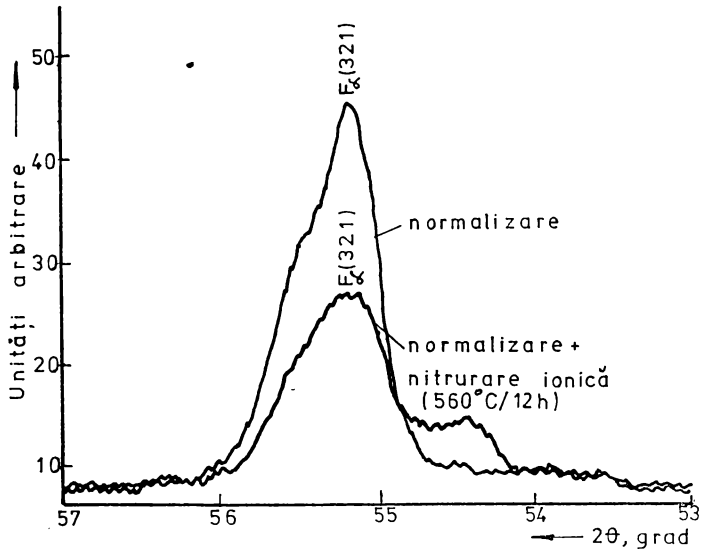


Fig.3.53. Curbele de difracție obținute pe epruvete din 40Cr10 în stările normalizată și nitrurată ionică (560°C/12h).

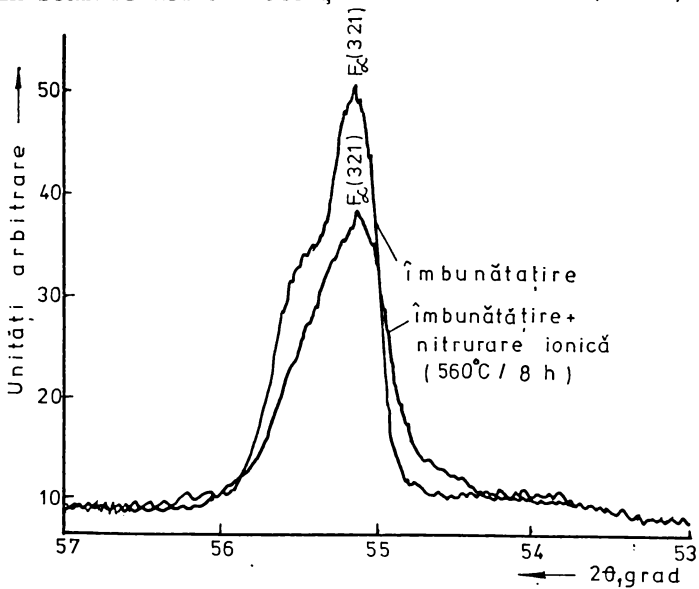


Fig.3.54. Curbele de difracție obținute pe epruvete din 40Cr10 în stările îmbunătățită și nitrurată ionică (560°C/8h).

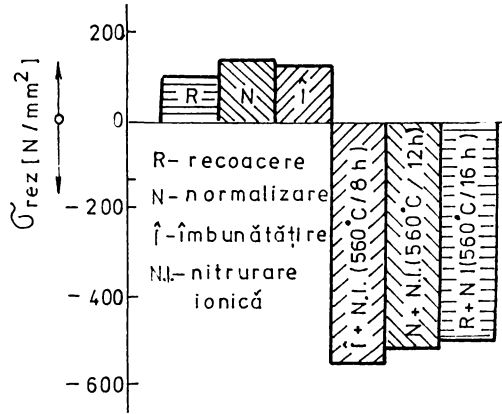


Fig.3.55. Valorile maxime ale tensiunilor remanente în stările antenitrurare și nitrurată ionic.

Folosind analiza röntgenografică, în fig.3.56a, b [96] se prezintă influența parametrilor termotemporal ai nitrurării ionice asupra nivelului valoric al tensiunilor și repartiției acestora în adâncime.

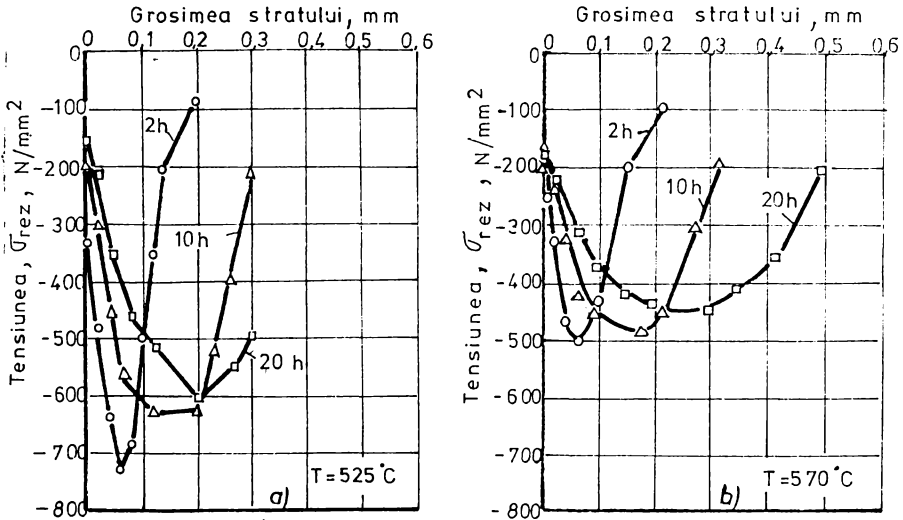


Fig.3.56. Influența temperaturii și duratei de nitrurării ionice asupra nivelului și repartiției tensiunilor de compresie, la oțelul 42MoCr11 [96].

Așadar, nitrurarea, în general, induce în stratul superficial tensiuni de compresiune [134] ca urmare a difuziei azotului și formării acestuia cu fierul și elementele de aliere din compoziția oțelului a unor compuși chimici (nitruri sau carbonitruri) și a nitroferitei, deci stratul are o altă compoziție chimică și, evident, fazică față de materialul de bază (miez), formarea nitroferitei fiind însoțită de modificări de volum specific (fig.3.57) [135].

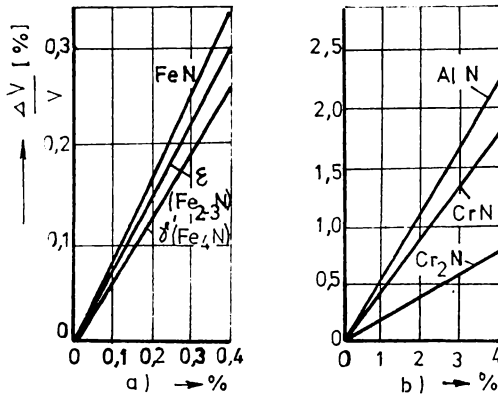


Fig.3.57. Variația volumului feritei aliate cu: a) azot; b) aluminiu sau crom [135].

temperatură - 560°C, deci valoarea cea mai redusă de tensiuni). Histograma din fig.3.55 indică natura tensiunilor reziduale (de întindere, în cazul stărilor recoaptă, normalizată și îmbunătățită, respectiv de compresiune pentru toate regimurile de nitrurare folosite), precum și valorile maxime ale acestora în cele trei stări și pentru cele trei regimuri de nitrurare (560°C/8; 12; 16h).

Deci, referitor la nivelul și profilul tensiunilor reziduale în adâncimea de nitrurare, se apreciază că, odată cu mărirea duratei de nitrurare, respectiv a grosimii stratului, are loc o ușoară reducere a nivelului tensiunilor din suprafață, valoarea maximă a tensiunilor reziduale din adâncime micșorându-se simultan cu deplasarea acestui maxim spre interiorul stratului, iar cu creșterea temperaturii de la 525°C la 570°C se produce reducerea nivelului de tensiuni atât din suprafață cât și din adâncime (fig.3.56).

Nivelul tensiunilor remanente este dependent, în principal, de temperatura și durata de nitrurare.

Alura curbelor de difracție (fig.3.52-3.54) arată o formă ascuțită și înaltă a picului corespunzător soluției, pentru toate cele trei stări antenitrurare, respectiv o formă comprimată și mai lată după regimurile de nitrurare ionică aplicate (cea mai comprimată a rezultat după 16h de menținere, la aceeași

3.4.4. Proprietăți anticorozive

În cazul materialelor metalice, degradarea prin coroziune constituie, împreună cu uzura mecanică și ruperea prin oboseală, principalele cauze de scoatere din funcționare a produselor metalice. Metalele și aliajele, datorită structurii lor electronice caracterizate prin prezența electronilor liberi în rețeaua cristalină [97], reacționează chimic sau electrochimic foarte ușor, fiind corodate chiar și în apă sau aer.

3.4.4.1. Tipuri și mecanisme de coroziune

Efectele coroziunii, cele mai direct sesizabile, sunt: modificarea greutateii, alterarea suprafeței și diminuarea proprietăților mecanice ale produsului metalic. Fiecare din aceste efecte se manifestă predominant în unul din cele trei tipuri principale de coroziune [97]:

a) **coroziunea uniformă** (fig.3.58a) prin care metalul sau aliajul se corodează regulat și uniform, iar rezistența mecanică scade proporțional cu diminuarea grosimii, deci cu pierderea în greutate a produsului metalic;

b) **coroziunea localizată sau de tip "pitting"** (fig.3.58b) prin care metalul sau aliajul se corodează în puncte, pete sau rizuri, suprafața produsului devenind rugoasă;

c) **coroziunea intercristalină** (fig.3.58c) prin care metalul sau aliajul se corodează în profunzime, de-a lungul limitelor de grăunți, fără însă a suferi o pierdere de greutate sensibilă și, uneori, chiar fără a se altera vizibil suprafața; efectele asupra proprietăților mecanice sunt catastrofale [98], produșii de coroziune intergranulari provocând o slăbire a coeziunii grăunților, ceea ce poate conduce la rupere la cea mai mică solicitare.

Coroziunea, ca mecanism, se poate produce în două moduri: chimic (coroziunea prin dizolvare și coroziunea uscată - oxidarea) și electrochimic.

Coroziunea prin dizolvare este efectul procesului fizico-chimic de dispersare a particulelor constitutive ale materialului (ioni, atomi sau molecule) într-un lichid ce constituie solventul.

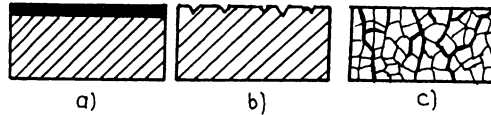


Fig.3.58. Tipuri de coroziune: a) coroziune uniformă; b) coroziune localizată (tip pitting); c) coroziune intercristalină (intergranulară) [97].

Coroziunea uscată (oxidarea) constă în degradarea chimică (se formează pelicule de coroziune de grosimi diferite) a materialului în absența contactului cu un lichid (solvent sau electrolit), ea producându-se în diferite medii gazoase la orice temperatură, dar fiind mai evidentă cu creșterea acesteia datorită accelerării difuziei, și la durate mari de încălzire (expunere).

Oxidarea metalelor și aliajelor metalice la temperatură ridicată decurge după relația generală:



Acest proces este de mare importanță în practica industrială, deoarece peliculele de coroziune formate pot frâna distrugerea materialului dacă au o anumită grosime, stabilă, aderentă, compactă, continuă și lipsită de pori sau fisuri (de ex., oxidul fero-feric Fe_3O_4 -magnetită, format prin feroxare). De asemenea, peliculele trebuie să prezinte proprietăți mecanice superioare pentru a rezista la solicitările la care suprafețele metalice, pe care ele s-au format, sunt supuse în exploatare.

Coroziunea electrochimică reprezintă atacul distructiv, exercitat asupra metalelor sau aliajelor de către mediul corosiv, prin intermediul unor reacții electrochimice, care implică un transfer de ioni și electroni la interfața conductor electronic / conductor ionic, sub influența unei diferențe de potențial electric ce există între faze.

Procesul electrochimic de coroziune presupune desfășurarea pe suprafața materialului metalic a două tipuri de reacții paralele și simultane, legate între ele printr-un bilanț riguros de electricitate:

- o reacție anodică de ionizare (oxidare) a metalului:



- o reacție catodică de preluare a electronilor rămași în faza metalică prin trecerea ionilor în soluție, de către un acceptor de electroni, numit și depolarizant (hidrogen, oxigen sau ioni metalici), existent în soluție, deci o reacție de reducere de forma:



Așadar, coroziunea electrochimică este un proces mixt de oxidare anodică a metalului și, simultan, un proces de reducere catodică, în care se consumă electronii generați în reacția anodică. Cele două procese (anodic și catodic) se desfășoară cu aceeași viteză, la un potențial comun, numit potențial mixt (potențial de electrod).

3.4.4.2. Rezistența la coroziune în diverse medii de corodare

Procesele de coroziune ale metalelor și aliajelor, în cea mai mare parte a lor, se desfășoară după mecanismul electrochimic, sub influența peliculelor subțiri și foarte subțiri de umiditate, coroziunea atmosferică fiind una din cele mai răspândite forme de distrugere a materialelor metalice (cca 80% din construcțiile metalice și mecanice funcționează în atmosferă: industrială, marină, urbană, rurală, tropicală etc.).

Coroziunea atmosferică a oțelurilor începe, în majoritatea cazurilor, la o umiditate relativă a aerului mai mare de 60%, viteza de corodare a oțelurilor carbon în atmosferă industrială fiind de 12,2 $\mu\text{m}/\text{an}$, iar a oțelurilor slab aliate de cca 2,3 $\mu\text{m}/\text{an}$ [98]. Atmosfera industrială conține, ca elemente componente de bază, apă cu oxigen și bioxid de carbon dizolvate în ea, și impurități accidentale (bioxid de sulf-cel mai activ, particule de cărbune provenite de la instalațiile de ardere, clorură de sodiu, bioxid de siliciu, praf etc.), care favorizează coroziunea. De asemenea, varia-

țiile bruște de temperatură măresc viteza de corodare, în plus, iarna, umiditatea relativă este mai ridicată și coroziunea este mai puternică, peliculele de produși de coroziune având proprietăți protectoare foarte slabe.

Pentru evitarea apariției coroziunii produselor metalice, se recurge la acoperirea suprafețelor acestora cu straturi rezistente de natură anorganică sau organică și, uneori, cu straturi combinate. Dintre toate acestea, cu rezultate remarcabile se menționează metalizările prin difuzie (aluminizarea, cromizarea, titanizarea etc.) și, îndeosebi, acoperirile prin difuzie de metaloizi (nitrurarea, în general, carbonitrurarea, oxinitrurarea etc.).

În acest subcapitol se prezintă comportarea straturilor nitrurate ionic la acțiunea corosivă a atmosferei (apă de conductă și soluție apoasă cu 10% sare).

Rezistența la coroziune, în general, se determină prin metode calitative (atac cu reactivi, de ex.: nital 3%; soluție apoasă formată din 20 g CuCl_2 , 70 g NH_4Cl la 1l de apă distilată sau o soluție formată din 2 cm³ H_2SO_4 0,1n; 20 cm³ CuSO_4 0,5n și 10 cm³ NaCl [81], ori prin introducerea și menținerea probelor într-o încintă umedă timp de 24 h, după care nu trebuie să se observe pete de rugină pe suprafețe) și prin metode cantitative (metoda gravimetrică este cea mai folosită) ori prin metode electrice (metoda amperostatică, metoda variației rezistivității electrice ș.a.).

Probele supuse cercetărilor au fost executate din oțelul slab aliat cu conținut mediu de carbon 40Cr10 și nitrurate ionic la regimurile: 480, 520 și 560°C, menținerea la fiecare temperatură fiind de 8, 12 și 16 h. Caracteristicile stratului nitrurat ionic (HV_{\max} și grosimea) obținute sunt cele înregistrate în tabelul 3.6 și reluate în tab.3.7, ele regăsindu-se și în tab.3.23.

În cazul probelor care au prezentat și strat de combinație (la temperaturi de peste 500°C) monofazic- Fe_3N (fig.3.14), acesta apare, la atac metalografic cu nital, de culoare albă, deci este rezistent la coroziunea chimică. În același timp, suprafața atacată cu soluția pe bază de H_2SO_4 și CuSO_4 nu-și modifică proprietățile, respectiv picătura albăstruie de soluție nu-și schimbă culoarea, deci ionii soluției nu intră în combinație cu ionii de fier.

Pentru determinarea rezistenței la coroziune prin metoda gra-

vimetrică, probele nitrurate, înainte de a fi supuse corodării în apă potabilă (apă de conductă) și în soluție, au fost cântărite la balanța analitică. După corodare, ele au fost din nou cântărite. Diferența de masă dintre cele două cântăriri definește rezistența la coroziune a probelor nitrurate în cele două medii corosive analizate (tabelele 3.7 și 3.8). Variația vitezei de corodare în funcție de timpul de corodare, pentru cele două medii corosive, la diferite regimuri de nitrurare, este redată în fig.3.59...3.63.

Procesul de formare a nitrurilor de fier și ale elementelor de aliere, care au caracter metalic și conțin purtători de sarcină ce pot determina direcția de desfășurare a coroziunii, conduce la modificarea cineticii coroziunii prin izolarea oțelului de mediul corosiv și la împiedicarea trecerii ionilor de metal în mediu [99], [100], respectiv asigură oțelurilor o bună protecție anticorrosivă, îndeosebi în medii cu pH apropiat de neutru. În cazul în care stratul alb de nitruri monofazice (γ' sau ϵ) are o stabilitate cinetică mare la coroziune, el poate asigura protecția oțelului numai dacă este continuu, compact, aderent la suprafață și lipsit de pori.

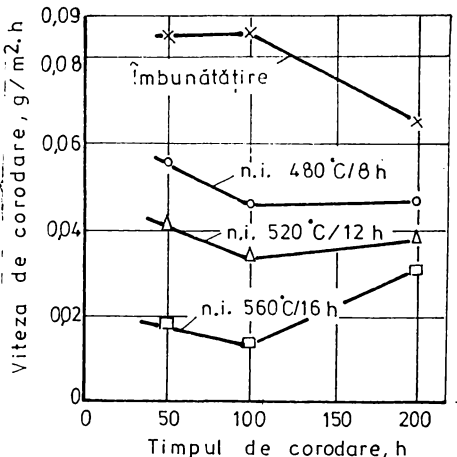


Fig.3.59. Variația vitezei de corodare în apă potabilă (de conductă), în funcție de timpul de corodare, în stările îmbunătățită și nitrurată ionic.

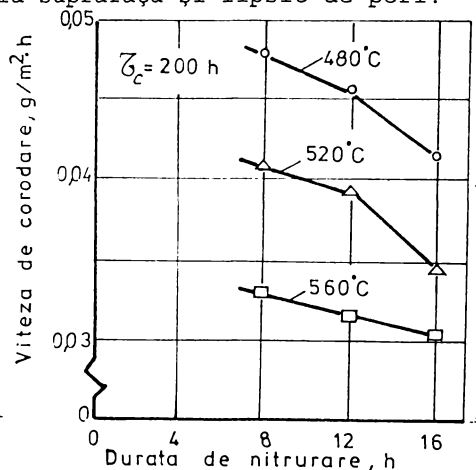


Fig.3.60. Variația vitezei de corodare în apă potabilă, în stările îmbunătățită și nitrurată ionic la diverse regimuri, la $\tau_c=200$ h.

Tabelul 3.7. Caracteristicile coroziunii în apă potabilă

Proba nr.	Caracteristicile stratului nitrurat ionic		Masa înainte de coroziune, m_0 , în g	Masa după corodare, m_c , în g, după timpul de corodare de		
	HV _{max}	d, mm		50h, m_{c1}	100h, m_{c2}	200h, m_{c3}
46R	-	-	42,3237	42,3145	42,3063	42,2948
46R12	773	0,22	41,9841	41,9793	41,9747	41,9652
46R13	753	0,25	42,1741	42,1695	42,1657	42,1558
46R14	726	0,29	41,8878	41,8834	41,8795	41,8699
46R22	687	0,25	41,9090	41,9047	41,9012	41,8917
46R23	649	0,27	41,6038	41,5998	41,5973	41,5886
46R24	613	0,32	42,3484	42,3451	42,3435	42,3347
46R32	657	0,28	41,8540	41,8510	41,8496	41,8408
46R33	624	0,33	42,4339	42,4310	42,4297	42,4221
46R34	578	0,37	42,0474	42,0446	42,0434	42,0357
46N	-	-	41,6941	41,6843	41,6764	41,6654
46N12	918	0,18	42,0842	42,0783	42,0745	42,0652
46N13	866	0,22	41,8084	41,8027	41,7991	41,7910
46N14	726	0,26	41,7630	41,7577	41,7540	41,7459
46N22	795	0,21	41,6862	41,6816	41,6777	41,6694
46N23	773	0,24	42,1594	42,1569	42,1543	42,1458
46N24	695	0,27	41,5898	41,5875	41,5849	41,5766
46N32	670	0,25	41,6118	41,6096	41,6071	41,5990
46N33	632	0,27	42,3806	42,3786	42,3767	42,3685
46N34	620	0,30	42,4220	42,4201	42,4186	42,4101
46I	-	-	41,8921	41,8838	41,8753	41,8645
46I12	788	0,19	41,6627	41,6576	41,6536	41,6440
46I13	773	0,23	41,7362	41,7312	41,7275	41,7184
46I14	746	0,26	42,3803	42,3761	42,3726	42,3637
46I22	726	0,22	41,7098	41,7057	41,7031	41,6940
46I23	713	0,25	41,7211	41,7171	41,7146	41,7060
46I24	677	0,28	41,7004	41,6970	41,6947	41,6872
46I32	649	0,24	42,0084	42,0051	42,0030	41,9955
46I33	616	0,27	41,6746	41,6720	41,6698	41,6621
46I34	605	0,31	42,0858	42,0840	42,0825	42,0737

Legendă:

- 1) Cifrele dinaintea literelor au semnificațiile:
4-coroziune în apă potabilă (de conductă);
6-solicitare la șocuri repetate (v.cap.5).
- 2) Literele: R-recoacere; N-normalizare; Î-îmbunătățire.
- 3) Cifrele de după litere (regimuri de nitrurare ionică):
- prima cifră: 1-T₁=480°C; 2-T₂=520°C; 3-T₃=560°C;
- a doua cifră: 2-T₁= 8 h; 3-T₂=12 h; 4-T₃=16 h.

Tabelul 3.7 (continuare)

Rezistența la coroziune, $\Delta m_c = m_0 - m_{c,t}$, în g, după timpul de corodare de			Viteza de corodare, $v_{c,t}$, în g/m ² .h, după timpul de coroda- re de		
50h, Δm_1	100h, Δm_2	200h, Δm_3	50h, v_{c1}	100h, v_{c2}	200h, v_{c3}
0,0092	0,0174	0,0289	0,095	0,090	0,075
0,0048	0,0094	0,0189	0,050	0,049	0,049
0,0046	0,0084	0,0183	0,048	0,044	0,047
0,0044	0,0083	0,0179	0,046	0,043	0,046
0,0043	0,0078	0,0173	0,045	0,040	0,045
0,0040	0,0065	0,0152	0,041	0,037	0,039
0,0033	0,0049	0,0137	0,034	0,025	0,035
0,0030	0,0044	0,0132	0,031	0,023	0,034
0,0029	0,0042	0,0118	0,030	0,022	0,031
0,0028	0,0040	0,0117	0,029	0,021	0,030
0,0098	0,0177	0,0287	0,102	0,092	0,074
0,0059	0,0097	0,0190	0,061	0,050	0,049
0,0057	0,0093	0,0174	0,059	0,048	0,045
0,0053	0,0090	0,0171	0,055	0,047	0,044
0,0046	0,0085	0,0168	0,048	0,044	0,043
0,0025	0,0051	0,0136	0,026	0,026	0,035
0,0023	0,0049	0,0132	0,024	0,025	0,034
0,0022	0,0047	0,0128	0,023	0,024	0,033
0,0020	0,0039	0,0121	0,021	0,020	0,031
0,0019	0,0034	0,0119	0,020	0,018	0,031
0,0083	0,0168	0,0276	0,086	0,087	0,072
0,0051	0,0091	0,0187	0,053	0,047	0,048
0,0050	0,0087	0,0178	0,052	0,045	0,046
0,0042	0,0077	0,0166	0,044	0,040	0,043
0,0041	0,0067	0,0158	0,042	0,035	0,041
0,0040	0,0065	0,0151	0,041	0,034	0,039
0,0034	0,0057	0,0132	0,035	0,030	0,034
0,0033	0,0054	0,0129	0,034	0,028	0,033
0,0026	0,0048	0,0125	0,027	0,025	0,032
0,0018	0,0033	0,0121	0,019	0,017	0,031

Viteza de corodare, v_c , s-a stabilit raportând variația de masă, $\Delta m = m_0 - m_c$, $m_{0,c}$ fiind masele înainte și după corodare, respectiv rezistența la coroziune, la suprafața de corodare (cca 1930 mm²) și la timpii de menținere (50, 100 și 200 ore) în cele două medii corosive analizate.

Tabelul 3.8. Caracteristicile coroziunii în soluție apoasă (apă cu 10% sare)

Proba nr.	Masa înainte de corodare, m_0 , în g	Masa după corodare, m_{ci} , în g, după timpul de corodare de		
		50 h, m_{c1}	100 h, m_{c2}	200 h, m_{c3}
36R	41,8682	41,8485	41,8333	41,7893
36R12	42,2844	42,2720	42,2609	42,2334
36R13	42,2776	42,2656	42,2577	42,2301
36R14	42,0126	42,0011	41,9956	41,9659
36R22	41,9632	41,9509	41,9408	41,9173
36R23	41,6561	41,6453	41,6241	41,6121
36R24	41,7227	41,7129	41,7073	41,6822
36R32	42,0088	41,9985	41,9901	41,9652
36R33	42,0449	42,0347	42,0304	42,0024
36R34	41,5229	41,5140	41,5104	41,4831
36N	42,0954	42,0729	42,0577	42,0189
36N12	42,3087	42,2902	42,2797	42,2581
36N13	42,2272	42,2098	42,2000	42,1820
36N14	42,1058	42,0919	42,0830	42,0619
36N22	42,0746	42,0588	42,0466	42,0267
36N23	41,6719	41,6583	41,6482	41,6260
36N24	41,7587	41,7477	41,7375	41,7170
36N32	41,9324	41,9200	41,9098	41,8880
36N33	42,3368	42,3262	42,3160	42,2978
36N34	41,7447	41,7347	41,7252	41,7096
36I	41,9027	41,8838	41,8682	41,8290
36I12	41,5768	41,5625	41,5515	41,5289
36I13	41,9148	41,9026	41,8907	41,8681
36I14	41,6485	41,6367	41,6257	41,6064
36I22	41,6833	41,6709	41,6588	41,6358
36I23	41,7867	41,7746	41,7630	41,7427
36I24	41,6351	41,6246	41,6143	41,5938
36I32	41,6983	41,6852	41,6753	41,6528
36I33	41,6751	41,6640	41,6537	41,6353
36I34	41,7373	41,7270	41,7176	41,6983

Legendă:

- 1) Cifrele dinaintea literelor au semnificațiile:
3-coroziune în soluție (apă + 10% sare);
6-solicitare la șocuri repetate (v.cap.5).
- 2) Literele: R-recoacere; N-normalizare; 3-îmbunătățire.
- 3) Cifrele de după litere (regimuri de nitrurare ionică):
- prima cifră: 1- $T_1=480^\circ\text{C}$; 2- $T_2=520^\circ\text{C}$; 3- $T_3=560^\circ\text{C}$;
- a doua cifră: 2- $\tau_1=8$ h; 3- $\tau_2=12$ h; 4- $\tau_3=16$ h.

Tabelul 3.8 (continuare)

Rezistența la coroziune, $\Delta m_t = m_t - m_{t_0}$, în g, după timpul de corodare de			Viteza de corodare, v_{c_i} , în g/m ² .h, după timpul de coroda- re de		
50h, Δm_1	100h, Δm_2	200h, Δm_3	50h, v_{c_1}	100h, v_{c_2}	200h, v_{c_3}
0,0197	0,0349	0,0789	0,204	0,181	0,204
0,0124	0,0235	0,0510	0,129	0,122	0,132
0,0120	0,0199	0,0475	0,124	0,103	0,123
0,0115	0,0170	0,0467	0,119	0,088	0,121
0,0123	0,0224	0,0459	0,127	0,116	0,119
0,0108	0,0212	0,0440	0,112	0,110	0,114
0,0098	0,0154	0,0405	0,102	0,080	0,105
0,0103	0,0187	0,0436	0,107	0,097	0,113
0,0102	0,0145	0,0425	0,106	0,075	0,110
0,0089	0,0125	0,0398	0,092	0,065	0,103
0,0225	0,0377	0,0765	0,233	0,195	0,198
0,0185	0,0290	0,0506	0,192	0,150	0,131
0,0174	0,0272	0,0452	0,180	0,141	0,117
0,0139	0,0228	0,0440	0,144	0,118	0,114
0,0158	0,0280	0,0479	0,164	0,145	0,124
0,0136	0,0237	0,0459	0,141	0,123	0,119
0,0110	0,0212	0,0417	0,114	0,110	0,108
0,0124	0,0226	0,0444	0,129	0,117	0,115
0,0106	0,0208	0,0390	0,110	0,108	0,101
0,0100	0,0195	0,0351	0,104	0,101	0,091
0,0189	0,0345	0,0737	0,196	0,179	0,191
0,0143	0,0253	0,0479	0,148	0,131	0,124
0,0122	0,0241	0,0467	0,126	0,125	0,121
0,0118	0,0228	0,0421	0,122	0,118	0,109
0,0124	0,0245	0,0475	0,129	0,127	0,123
0,0121	0,0237	0,0440	0,125	0,123	0,114
0,0105	0,0208	0,0413	0,109	0,108	0,107
0,0131	0,0230	0,0455	0,125	0,119	0,118
0,0111	0,0214	0,0398	0,115	0,111	0,103
0,0103	0,0197	0,0390	0,107	0,102	0,101

Valorile tabelate și prezentate grafic referitoare la rezistența la coroziune și la viteza de corodare în mediile corosive analizate (apă potabilă și soluție apoasă) indică o bună rezistență la coroziune, respectiv o viteză de corodare redusă, indiferent de mediul corosiv folosit, a epruvetelor nitrurate ionic la temperatura cea mai ridicată (560°C) și la durata de nitrurare cea mai mare (16 h), deoarece zonele constitutive (zona de combinație și cea de

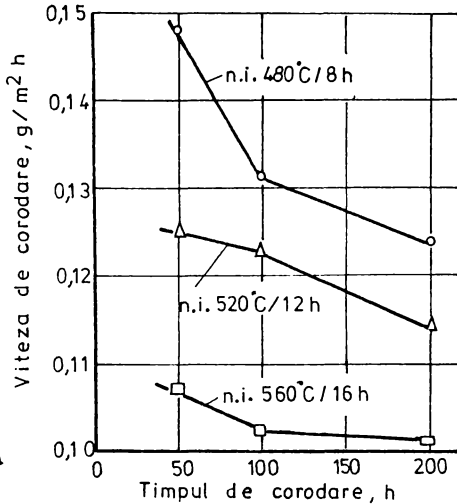


Fig.3.61. Variația vitezei de corodare în soluție (apă+10% sare), în funcție de timpul de corodare, în stările îmbunătățită și nitrurată ionic.

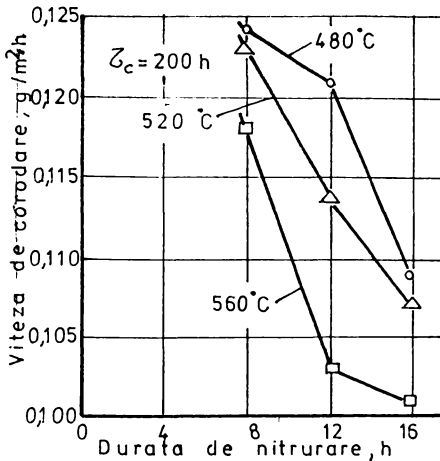


Fig.3.62. Variația vitezei de corodare în soluție, în stările îmbunătățită și nitrurată ionic la diverse regimuri, la $\tau_c=200h$.

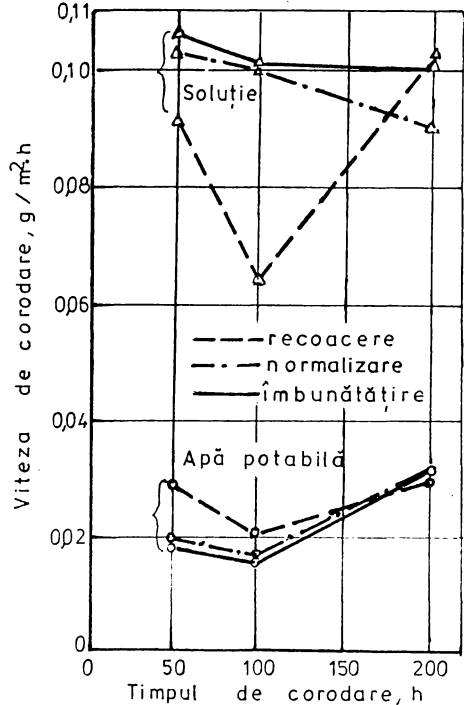


Fig.3.63. Variația vitezei de corodare în mediile corosive apă și soluție, în funcție de timpul de corodare, pentru starea antenitrurare și nitrurată ionic la 560°C/16h.

difuzie) au grosimile cele mai mari (zona albă cca 10 μm , iar zona de difuzie peste 300 μm), ele izolând suprafața metalică și împiedicând astfel schimbul de ioni dintre oțel și mediu corosiv. Stabilitatea straturilor nitrurate ionic este cea mai pronunțată în soluție, prezentând tendință de pasivizare după 100 ore (fig.3.63)

În ceea ce privește acțiunea corodantă a celor două medii, aceasta este de 2,5-5 ori mai mare în soluție față de cea a apei potabile.

3.5. Influența compoziției chimice a oțelurilor asupra structurii și proprietăților straturilor nitrurate ionic

Modificările structurale survenite în stratul superficial, în plasma amoniacului disociat sau a amestecurilor de azot și hidrogen în diferite proporții, se produc conform diagramei de echilibru a sistemului Fe-N (deci, în funcție de temperatură și conținutul de azot) și fenomenului de pulverizare catodică, specific doar nitrurării ionice, la care se adaugă și durata de nitrurare și compoziția chimică a oțelului. Pulverizarea catodică, în funcție de intensitatea ei, poate conduce la subțierea zonei de combinație până la desființare, aspect ce nu trebuie neglijat în cazul pieselor solicitate, îndeosebi, la oboseală.

Structura stratului nitrurat ionic, indiferent de calitatea oțelului, are o zonă de combinație formată din faza γ' , zonă care, așa cum s-a precizat, poate să lipsească, și o zonă de difuzie formată din nitroferită și nitruri de tipul Fe_xN , în cazul oțelurilor carbon, respectiv din nitroferită și nitruri ale elementelor de aliere de tipul $(Fe,M)_xN$, la oțelurile aliate (fig.3.20, fig.3.21). Stratouri nitrurate cu zonă de combinație bifazică ($\epsilon+\gamma'$) se întâlnesc foarte rar, chiar lipsesc, datorită fenomenului de pulverizare catodică.

Difuzia azotului în adâncimea de nitrurare este influențată, prin intermediul coeficientului de difuzie, direct proporțional de temperatură (fig.3.64) [101] și în raport invers de conținuturile de carbon (fig.3.65) și de elemente de aliere ale oțelurilor (fig. 3.66) [26]. Se observă că toate elementele de aliere micșorează, într-un grad mai mare sau mai mic, coeficientul de difuzie al azotului în faza α , datorită creșterii energiei de activare, Q_a . Astfel, la un oțel cu conținut de 2-4% (Cr,Mo,W) în ferită, Q_a crește de la 18000 la peste 20000 cal/at.g, iar la un conținut de 1,3% Ti în F, Q_a atinge valoarea de 23000 cal/at.g [26].

La nitrurarea oțelurilor cu conținut mare de Ti (de ex., oțelurile inoxidabile austenitice) se formează în zona de difuzie o cantitate mare de nitrură γ' $(Fe,M)_xN$, care se dispune sub formă de lamele de-a lungul planelor de alunecare și la limita grăunților. O atare structură determină, uneori, fragilizarea stratului.

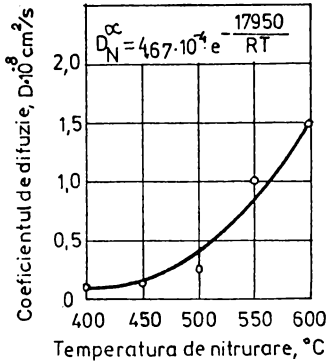


Fig. 3.64. Variația coeficientului de difuzie al azotului în faza α , în funcție de temperatura de nitrurare [101].

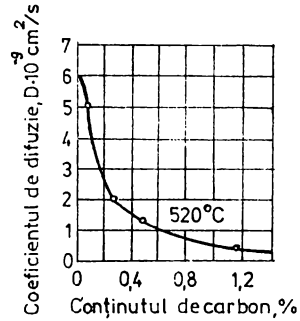


Fig. 3.65. Influența conținutului de carbon din oțel asupra coeficientului de difuzie al azotului în faza α [26].

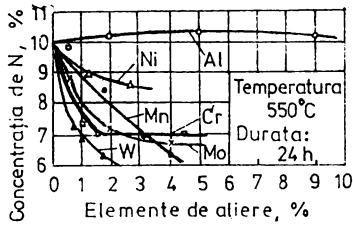


Fig. 3.66. Influența conținutului de elemente de aliere asupra concentrației de azot difuzat în faza α [26].

Formarea nitrurilor elementelor de aliere este însoțită întotdeauna de distorsiuni mari în faza α , datorită diferenței mari între volumele specifice ale matricei (soluției α) și ale nitrurilor, rezultând, astfel, în stratul nitrurat tensiuni de compresie (v.ș 3.4.4).

Precipitarea nitrurilor elementelor de aliere în zona de difuzie este posibilă datorită difuziei reciproce a azotului și elementelor

de aliere în soluția solidă α .

Acest mecanism se întâlnește la nitrurarea oțelurilor aliate la care 50-70% din elemente sunt dizolvate în soluția α . La temperaturi de 480-520°C, nitrurile precipitate sunt lamelare fine și coerente în totalitate cu matricea; la temperaturi de 550-560°C apar nitruri lamelare mai mari (2-4 μm), formarea acestora conducând la o distrugere parțială a coerenței, iar la temperaturi peste 560°C se obțin nitruri mult mai mari (cca 10 μm) și are loc ruperea lor completă de matrice. Pentru formarea nitrurilor, cantitatea mi-

nimă de azot din soluție trebuie să fie de 0,004-0,1% de masă, iar solubilitatea azotului în oțelul aliat de până la 0,5-1,0% [26].

Structura stratului nitrurat ionic se stabilește în funcție de solicitările la care sunt supuse piesele. Astfel, pentru piese care lucrează în medii corosive și sunt solicitate la uzare și la presiuni de contact mici se recomandă un strat de combinație de grosime mai mare, în timp ce pentru piesele supuse la uzare și la presiuni de contact mari se recomandă o structură formată dintr-o zonă de combinație mai mică și o zonă de difuzie complex aliată, de mare rezistență.

Caracteristicile stratului nitrurat ionic (grosimea și duritatea) sunt pregnant influențate de compoziția chimică a oțelurilor și anume: elementele de aliere, îndeosebi Al, Ti și Cr prin nitrurile care le formează, conduc la o însemnată creștere a durității stratului nitrurat ionic [61], aceeași influență având și asupra nitrurii aliate γ' (fig.3.67), respectiv la o diminuare a grosimii stratului, deoarece ele (mai ales, W și Ni) frânează difuzia (micșorează coeficientul de difuzie al azotului), fig.3.68 [26].

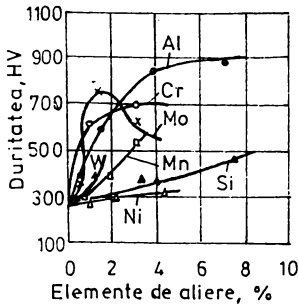


Fig.3.67. Influența elementelor de aliere asupra durității stratului nitrurat ionic [61].

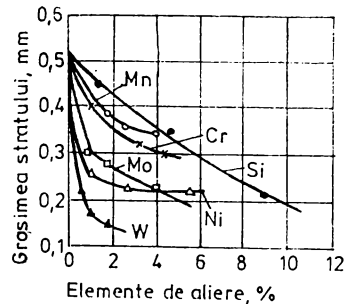


Fig.3.68. Influența elementelor de aliere asupra grosimii stratului nitrurat ionic [26].

Efectul global al alierii, alături de influența temperaturii și duratei de nitrurare, asupra durității și grosimii stratului nitrurat ionic, pentru oțelurile studiate, este redat în fig.3.69

și fig.3.70 [50], respectiv în fig.3.71 și fig.3.72 [79].

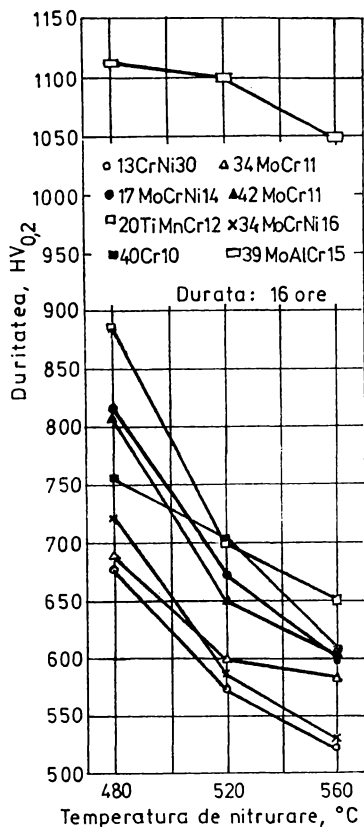


Fig.3.69. Influența elementelor de aliere asupra durității, la oțelurile slab aliate de construcție [50].

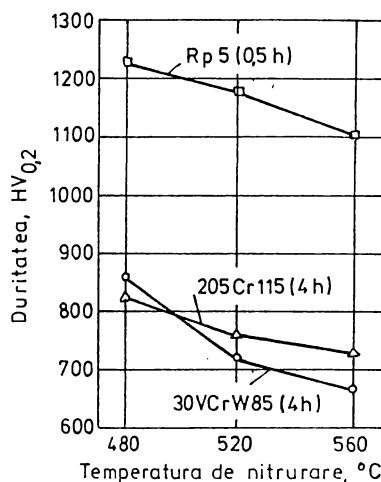


Fig.3.70. Influența elementelor de aliere asupra durității, la oțelurile aliate și înalt aliate de scule [50].

La nivelul zonei de difuzie, duritatea mai mare a stratului nitrurat se explică, pe lângă procesele de precipitare care provoacă importante distorsiuni cu efecte de durificare, și prin solubilitatea ceva mai mare a azotului în ferita aliată.

Din diagramele de variație a durității se reține că oțelurile aliate cu Al, Ti și, respectiv, W prezintă durități mai ridicate decât oțelurile la care aceste elemente lipsesc sau care au un conținut mai redus (W), datorită nitrurilor formate (de ex., la oțelul aliat cu Al apare faza γ' aliată, de tipul $(Fe, Al)_3N$, care conferă stratului nitrurat ionic o duritate de peste 1100 HV_{0.2}).

Referitor la variația grosimii stratului nitrurat, se observă că, pe măsura creșterii complexității alierii și a gradului de aliere, are loc o diminuare a adâncimii de nitrurare, lucru datorat

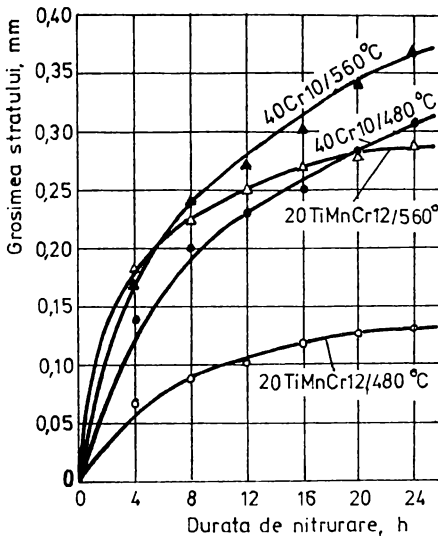


Fig. 3.71. Influența elementelor de aliere asupra grosimii stratului niturat ionic la oțeluri slab aliate de construcție [79]

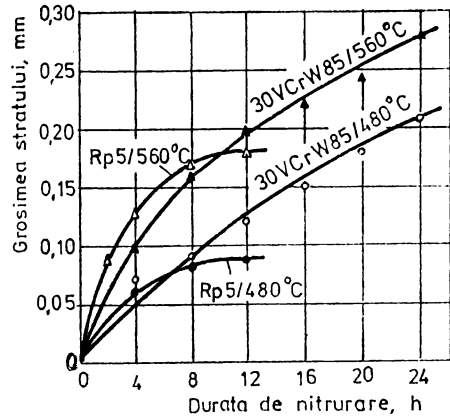


Fig. 3.72. Influența elementelor de aliere asupra grosimii stratului niturat ionic la oțeluri aliate și înalt aliate de scule [79].

micșorării coeficientului de difuzie al azotului (de ex., la oțelul 20TiMnCr12 grosimea stratului este de 0,25 mm la regimul de niturare de 560°C/12 h, în timp ce la oțelul Rp 5 este doar de 0,17 mm, la același regim).

De mare importanță practică la piesele niturate ionic este și repartiția duriității în adâncimea de niturare (gradientul de duritate). Din rezultatele experimentale prezentate reiese că, la creșterea temperaturii de niturare, în aceleași condiții de tratament (material, durată, compoziție și presiune de gaz), grosimea zonei de difuzie este mai mare, iar scăderea duriității în adâncime este mai lentă (uniformă).

3.6. Criterii de optimizare a condițiilor de niturare ionică

Pentru modelarea proceselor complexe dependente de mai mulți factori de influență (de mai multe variabile), cum este și cazul niturării ionice, se folosesc diverse metode, dintre care se amintește metoda Box-Wilson [102], cea a experimentelor factoriale.

Metoda experimentului factorial presupune, în esență, următoarele:

- modelarea funcției de răspuns (obiectiv) se face într-un domeniu restrâns de existență a factorilor de influență pe baza unor modele polinomiale de ordin superior (de regulă, de ordinul al II-lea, în care factorii de influență au 3 niveluri: superior, intermediar și inferior);

- coeficienții polinoamelor de regresie se determină prin metoda celor mai mici pătrate, iar modelul este supus celor trei etape de verificare statistică [103]:

- a) verificarea preciziei măsurătorilor;
- b) verificarea semnificației coeficienților;
- c) verificarea adecvantei modelului prin compararea valorilor estimate cu cele măsurate.

În zonele depărtate de punctele de optim (de extrem), modelarea se face, de regulă, cu polinoame de ordinul întâi, în timp ce în zona optimului, datorită creșterii curburii suprafeței de răspuns, pentru modelare se apelează la polinoame de ordin superior (practic, de ordinul al II-lea).

Elementele preliminare modelării prin experiment factorial sunt:

1. Stabilirea domeniului de experimentare, respectiv pornind de la tema ce se dorește a fi studiată se fixează spațiul multifactorial în care se va realiza cercetarea. Aceasta presupune identificarea factorilor de influență, stabilirea domeniului lor de existență și precizarea corectă a funcțiilor de răspuns.

2. Stabilirea punctului central al experimentului, respectiv a punctului în jurul căruia se face modelarea. Acesta este un punct care aparține spațiului multifactorial, despre care se știe sau se presupune că este cel mai convenabil din punct de vedere al valorilor pe care le conferă funcției de răspuns.

3. Stabilirea intervalelor de variație a factorilor de influență. Acestea reprezintă niște mărimi, care, adunate sau scăzute la coordonatele punctului central pentru fiecare factor de influență, definesc coordonatele punctelor în care se va realiza experimentarea efectivă.

Este foarte importantă stabilirea cât mai exactă a acestor intervale, deoarece intervale de încredere prea mici duc la imposibilitatea separării efectului util de factorii incontrollabili și/

sau ne semnificativi, iar intervale de încredere prea mari duc la imposibilitatea depistării punctelor de optim căutate și deci la inadecvanța modelului căutat.

3.6.1. Modelarea matematică a funcțiilor obiectiv (de răspuns) corespunzătoare nitrurării ionice

Pentru datele experimentale rezultate în urma nitrurării ionice a celor opt oțeluri slab aliate de construcție și a celor aliate și înalt aliate de scule, în număr de trei, cercetate în cadrul lucrării, s-a trecut la modelarea acestora, respectiv s-au creat, mai întâi, matricile program cu funcțiile de răspuns (duritatea și grosimea stratului nitrurat ionic) și factorii de influență (temperatura și durata procesului și concentrația în elemente de aliere a oțelurilor nitrurate) a funcțiilor obiectiv (de răspuns), care apoi au fost prelucrate cu ajutorul programului de calcul statistic "STATGRAPHICS" (MANUGISTIC INC.), ce a fost lansat la Universitatea "POLITEHNICA" din Timișoara, în anul 1995.

Din amplul program de experimentări efectuate, domeniul pentru care s-a făcut modelarea matematică a experimentelor este cel cuprins între 480 și 560°C, pentru temperatură, respectiv între 12 și 20 h, durata pentru oțelurile slab aliate și cu conținut scăzut de carbon (oțeluri de cimentare), 8-16 h pentru oțelurile slab aliate și cu conținut mediu de carbon (oțeluri de îmbunătățire), 4-12h pentru oțelul aliat de scule pentru prelucrări la cald (30VCrW85), 2-8 h pentru oțelul aliat de scule pentru prelucrări la rece (205Cr115) și 0,5-2 h pentru oțelul înalt aliat pentru scule așchietoare (Rp 5), intervalele de timp stabilindu-se astfel încât să cuprindă duritatea maximă obținută (v.fig.3.23, 3.24 și 3.25). Compoziția chimică a oțelurilor pentru care se efectuează modelarea matematică a funcțiilor obiectiv este redată în tabelul 3.1.

3.6.1.1. Modelarea funcției obiectiv $y = f(T, \tau)$

Pentru intervalele de existență a factorilor de influență (T și τ) asupra funcțiilor obiectiv (HV și d_n) s-au programat matricile corespunzătoare (tabelele 3.9-3.19) și s-a realizat experimentul

Tabelul 3.9. Oțelul 13CrNi30

Tabelul 3.10. Oțelul 20TiMnCr12

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv		Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm		T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm
1	480	12	715	0,16	1	480	12	830	0,105
2	520	12	630	0,18	2	520	12	705	0,20
3	560	12	550	0,19	3	560	12	605	0,25
4	480	16	685	0,20	4	480	16	880	0,12
5	520	16	575	0,24	5	520	16	700	0,22
6	560	16	535	0,25	6	560	16	650	0,27
7	480	20	675	0,24	7	480	20	875	0,125
8	520	20	520	0,30	8	520	20	680	0,23
9	560	20	515	0,33	9	560	20	645	0,28

Tabelul 3.11. Oțelul 17MoCrNi14

Tabelul 3.12 Oțelul 42MoCr11

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv		Nr. crt	Factorii de influență		Funcții obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm		T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm
1	480	12	750	0,19	1	480	8	715	0,12
2	520	12	775	0,21	2	520	8	620	0,17
3	560	12	590	0,24	3	560	8	595	0,21
4	480	16	815	0,22	4	480	12	780	0,14
5	520	16	685	0,23	5	520	12	640	0,18
6	560	16	600	0,30	6	560	12	615	0,22
7	480	20	680	0,25	7	480	16	820	0,15
8	520	20	625	0,27	8	520	16	660	0,20
9	560	20	575	0,35	9	560	16	605	0,24

Tabelul 3.13. Oțelul 40Cr10

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _n , mm
1	480	8	625	0,19
2	520	8	605	0,22
3	560	8	635	0,24
4	480	12	675	0,23
5	520	12	720	0,24
6	560	12	635	0,27
7	480	16	765	0,26
8	520	16	705	0,28
9	560	16	625	0,31

Tabelul 3.14. Oțelul 34MoCr11

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _n , mm
1	480	8	675	0,17
2	520	8	580	0,21
3	560	8	565	0,27
4	480	12	695	0,19
5	520	12	605	0,24
6	560	12	540	0,30
7	480	16	685	0,23
8	520	16	600	0,26
9	560	16	550	0,34

Tabelul 3.15. Oțelul 34MoCrNi16

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _n , mm
1	480	8	660	0,15
2	520	8	580	0,16
3	560	8	550	0,21
4	480	12	610	0,17
5	520	12	575	0,18
6	560	12	540	0,22
7	480	16	590	0,19
8	520	16	565	0,21
9	560	16	530	0,24

Tabelul 3.16. Oțelul 39MoAlCr15

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _n , mm
1	480	8	1175	0,11
2	520	8	1153	0,13
3	560	8	1100	0,21
4	480	12	1190	0,12
5	520	12	1125	0,19
6	560	12	1065	0,235
7	480	16	1125	0,13
8	520	16	1100	0,20
9	560	16	1055	0,25

Tabelul 3.17. Oțelul 30VCrW85

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm
1	480	4	865	0,08
2	520	4	720	0,09
3	560	4	665	0,10
4	480	8	805	0,09
5	520	8	700	0,12
6	560	8	635	0,15
7	480	12	750	0,13
8	520	12	700	0,14
9	560	12	625	0,19

Tabelul 3.18. Oțelul 205Cr115

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm
1	480	2	820	0,10
2	520	2	780	0,12
3	560	2	745	0,14
4	480	4	825	0,11
5	520	4	770	0,13
6	560	4	740	0,155
7	480	8	800	0,13
8	520	8	750	0,16
9	560	8	755	0,175

Tabelul 3.19. Oțelul Rp 5

Nr. crt	Factorii de influență		Funcțiile obiectiv	
	T, °C	τ , h	HV _{0,2}	d _N , mm
1	480	0,5	1225	0,02
2	520	0,5	1180	0,03
3	560	0,5	1100	0,05
4	480	1	1165	0,025
5	520	1	1145	0,045
6	560	1	1070	0,07
7	480	2	1030	0,06
8	520	2	1050	0,07
9	560	2	1015	0,09

factorial complet de ordinul al II-lea ($3^2 - 2$ factori cu 3 nive-
luri = 9 măsurători), iar apoi datele au fost prelucrate statistic,
rezultând astfel funcțiile obiectiv de forma:

$$y = b_0x_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2, \quad (3.29)$$

care sunt, de fapt, funcții de gradul al doilea, în T și τ , respec-
tiv un caz particular al unui polinom de regresie de ordinul al II-
lea, a cărui relație generală este:

$$y = \sum b_i x_i + \sum b_{ij} x_i x_j + \sum b_{ii} x_i^2 \quad (3,30)$$

În relația (3.29), variabilele sunt: $x_1 = T$ [°C] și $x_2 = \tau$ [h]
($x_0 = 1$, deci $b_0x_0 = b_0 = \text{ct.}$), iar coeficienții de regresie stabiliți
prin program, atât pentru funcția obiectiv $y = HV_{0,2}$, cât și pentru
funcția obiectiv $y = d_n$, pentru fiecare oțel studiat, s-au centra-
lizat în tabelul 3.20. În același tabel apar și preciziile de esti-
mare ale modelelor găsite, notate cu R^2 , care reprezintă gradul me-
diu de apropiere între valorile măsurate și cele estimate. Se re-
marcă o fidelitate deosebită a acestor modele (peste 95%, cu două
excepții - puțin sub 90%), ele putând fi folosite, cu rezultate ex-
cepționale, pentru interpolarea și/sau optimizarea condițiilor de
nitruare ionică.

În fig.3.73, 3.75, 3.77, 3.79 și în fig.3.74, 3.76, 3.78, 3.80
sunt redată "histograma efectelor" și, respectiv, "curbele de nivel
constant", numite și curbe de răspuns egal, iar în fig.3.81 - 3.84,
"suprafețele de răspuns" pentru duritatea și grosimea stratului ni-
trurat ionic, toate pentru două oțeluri reprezentative (17MoCrNi14
și 42MoCr11) (pentru celelalte oțeluri analizate, histogramele și
curbele de nivel sunt în ANEXA I), putându-se formula concluziile:

- din histograma efectelor se observă ordinea și mărimea im-
portanței factorilor de influență asupra celor două funcții obiec-
tiv; de ex., în cazul oțelului 17MoCrNi14 rezultă că principalul
factor de influență pentru duritate este temperatura, iar ca factor
de influență secundar-durata, în timp ce pentru grosimea stratului
ordinea importanței factorilor este inversă (semnul "-" dinaintea
"intervalului de variație" al funcției obiectiv înseamnă scăderea

Tabelul 3.20. Coeficienții de regresie ai funcțiilor obiectiv

Oțelul	Coeficienții de regresie ai		
	Coeficienții de regresie ai		
	constanta, b_0	pentru $x_1=T$, $A = b_1$	pentru $x_2=r$, $B = b_2$
13CrNi30	8168,33	-26,4792	-16,7708
	-1,49556	$6,79167 \cdot 10^{-3}$	-0,04125
20TiMnCr12	10640	-36,8542	46,5625
	-5,02178	0,01805	$4,16667 \cdot 10^{-3}$
17MoCrNi16	-2423,89	13,9583	13,8542
	3,92222	-0,014375	-0,034375
42MoCr11	8811,53	-31,7187	97,3958
	-0,974444	$3,25 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-3}$
40Cr10	-3488,06	12,9375	156,458
	0,434444	$-1,58333 \cdot 10^{-3}$	$3,3333 \cdot 10^{-3}$
34MoCr11	5119,03	-16,3646	27,1875
	1,8319	$-7,52083 \cdot 10^{-3}$	$-5,625 \cdot 10^{-3}$
34MoCrNi16	2794,72	-6,27083	-51,25
	1,96028	$-7,8125 \cdot 10^{-3}$	$8,125 \cdot 10^{-3}$
39MoAlCr15	357,639	4,19792	2,1875
	-0,08333	$-6,04167 \cdot 10^{-4}$	$4,16667 \cdot 10^{-3}$
30VCrW85	5307,5	-14,375	-75,7292
	1,14222	$-4,25 \cdot 10^{-3}$	-0,02625
205Cr115	3786,11	-10,3958	-37,9762
	-0,432222	$1,58333 \cdot 10^{-3}$	$1,19048 \cdot 10^{-3}$
Rp 5	-1789,44	13,6458	-554,524
	0,477639	$-2,23958 \cdot 10^{-3}$	0,0405952

Tabelul 3.20 (cotinuare)

funcției obiectiv $y = HV_{0,2}$			
funcției obiectiv $y = d_N$			
pt. $x_1, x_2 = T1$, AA = b_{12}	pt. $x_1^2 = T^2$, AA = b_{11}	pt. $x_2^2 = T^2$, BB = b_{22}	precizia de estimare, R^2
7,8125.10 ⁻³	0,0234375	0,15625	0,962244
9,375.10 ⁻⁵	-7,29167.10 ⁻⁶	2,08333.10 ⁻⁴	0,996933
-7,8125.10 ⁻³	0,0328125	-1,25	0,980679
1,875.10 ⁻⁵	-1,58333.10 ⁻⁵	-3,3333.10 ⁻⁴	0,999659
0,0859375	-0,016667	-2,13542	0,859235
7,8125.10 ⁻⁵	1,35417.10 ⁻⁵	1,04167.10 ⁻⁴	0,985319
-0,148437	0,0302083	-0,572917	0,996446
0	-2,08333.10 ⁻⁶	1,04167.10 ⁻⁴	0,996497
-0,234375	-0,0104167	-1,04167	0,873392
0	2,08333.10 ⁻⁶	2,08333.10 ⁻⁴	0,988987
-0,0390625	0,0145833	-0,260417	0,977703
1,5625.10 ⁻⁵	8,33333.10 ⁻⁶	2,08333.10 ⁻⁴	0,993364
0,078125	4,16667.10 ⁻³	0,260417	0,966725
-1,5625.10 ⁻⁵	8,3333.10 ⁻⁶	2,08333.10 ⁻⁴	0,987966
7,8125.10 ⁻³	-5,20833.10 ⁻³	-0,520833	0,958809
3,125.10 ⁻⁵	1,5625.10 ⁻⁶	-6,25.10 ⁻⁴	0,966677
0,117188	0,0109375	0,46875	0,977092
6,25.10 ⁻⁵	4,16667.10 ⁻⁶	1,04167.10 ⁻⁴	0,969163
0,0714286	8,85417.10 ⁻³	-0,138889	0,959265
8,92857.10 ⁻⁶	-1,04167.10 ⁻⁶	0	0,991685
0,92857	-0,0151042	-7,77778	0,998637
-2,67857.10 ⁻⁵	2,60417.10 ⁻⁶	0	0,983082

Obs.: literele A, B, AB, AA, BB reprezintă coeficienții de regresie pe care îi afișează programul.

acestuaia la creșterea factorului de influență, iar semnul "+" reprezintă o creștere a intervalului la creșterea factorului, ceea ce concordă cu realitatea, adică duritatea scade cu creșterea temperaturii, mai ales, și duratei de nitrurare, în vreme ce grosimea crește cu creșterea ambilor factori, interacțiunea dintre ei, prin intermediul coeficientului de regresie AB, având o influență pozitivă asupra atât a durității cât și a grosimii stratului nitrurat);

- pe baza curbanelor de nivel constant obținute prin secționarea suprafețelor de răspuns (având orientare spațială) cu un plan paralel cu planul factorilor de influență se pot identifica, în funcție de factorii T și τ , valorile căutate (dorite) pentru HV și d_n , respectiv se pot alege traiectoriile (de regulă, curbilinii) pentru care duritatea și grosimea stratului se mențin constante, pentru perechile de valori temperatură-durată; de ex., pe curbele de nivel ale aceluiași oțel (17MoCrNi14), duritatea de cca 720 HV_{0,2} se poate obține la regimul de 500°C/18h sau la 520°C/16h, iar grosimea de 0,24 mm la 500°C/18h sau la 540°C/14h.

3.6.1.2. Modelarea funcției obiectiv $y = f(T, \tau, \%)$

Evaluarea globală a comportamentului la nitrurare ionică a oțelurilor slab aliate de cementare și de îmbunătățire s-a făcut tinându-se seama și de compoziția lor chimică (suma tuturor elementelor, exceptând conținuturile de C, S și P, v. tab.3.1), ca cel de-al treilea factor de influență asupra funcțiilor obiectiv (HV_{0,2} și d_n). În acest sens, s-au întocmit matricile (tabelele 3.21 și 3.22) și s-a realizat "experimentul factorial complet de ordinul al II-lea (3^3 - 3 factori cu 3 niveluri de definiție, deci 27 de măsurători), funcția obiectiv stabilită prin programul statistic având forma (3.31), dedusă tot din relația generală (3.30):

$$y = b_0x_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{1,2}x_1x_2 + b_{1,3}x_1x_3 + b_{2,3}x_2x_3 + b_{1,1}x_1^2 + b_{2,2}x_2^2 + b_{3,3}x_3^2 \quad (3.31)$$

Coeficienții de regresie pentru duritate și grosime sunt trecuți alături de matricile aferente (tab.3.21-3.22).

Pentru fiecare grupă de oțeluri s-au ridicat histogramele efec-

Fig.3.73. Histograma efectelor
17MoCrNi14

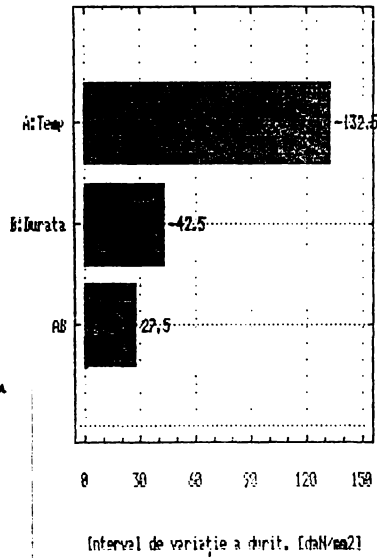


Fig.3.74. Duritatea, HV 0,2
17MoCrNi14

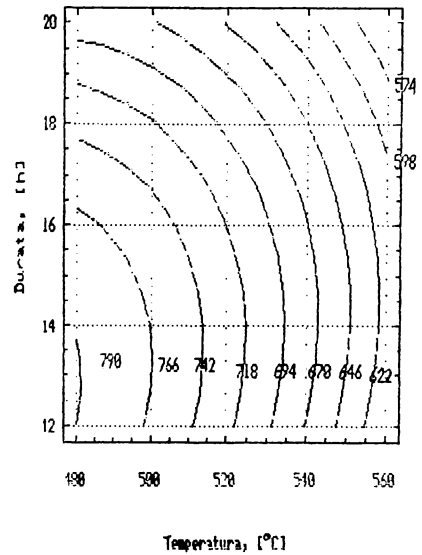


Fig.3.75. Histograma efectelor
17MoCrNi14

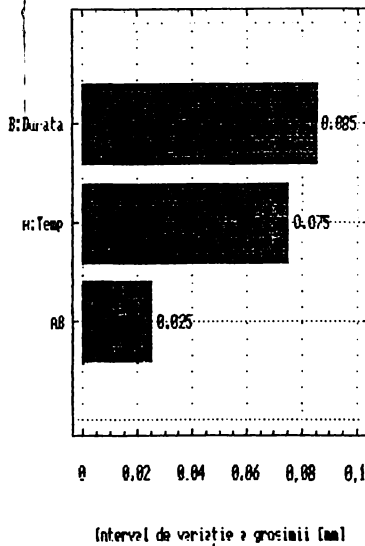


Fig.3.76. Grosimea, d [mm]
17MoCrNi14

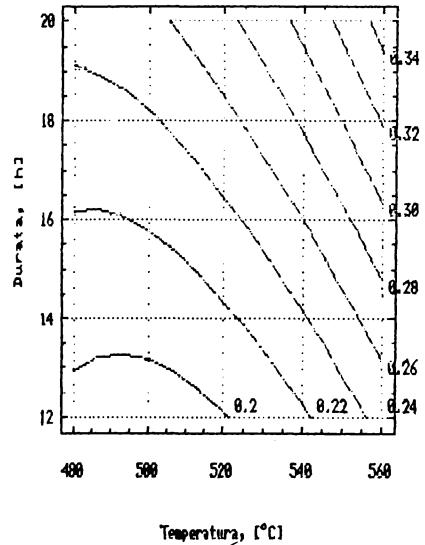


Fig. 3.77. Histograma efectelor
42MoCr11

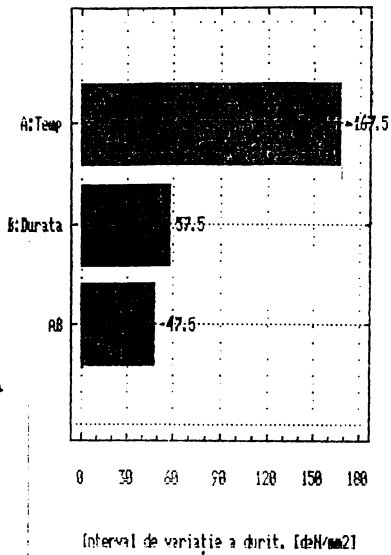


Fig. 3.78. Duritatea, HV 0,2
42MoCr11

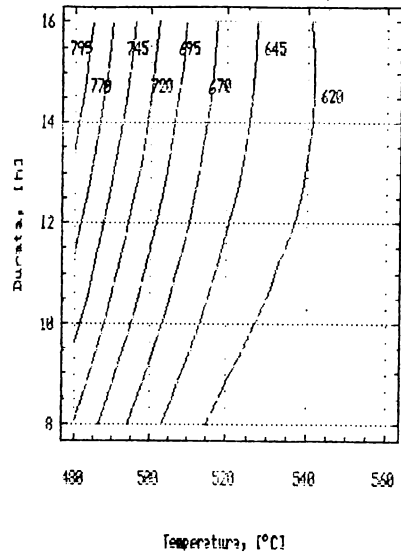


Fig. 3.79. Histograma efectelor
42MoCr11

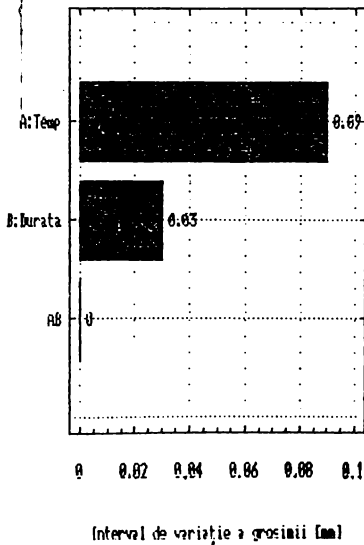


Fig. 3.80. Grosimea, d [mm]
42MoCr11

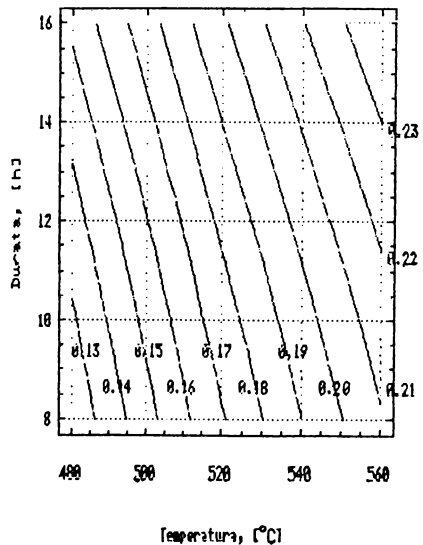


Fig.3.81.Duritatea, HV $\bar{0},2$
17MoCrNi14

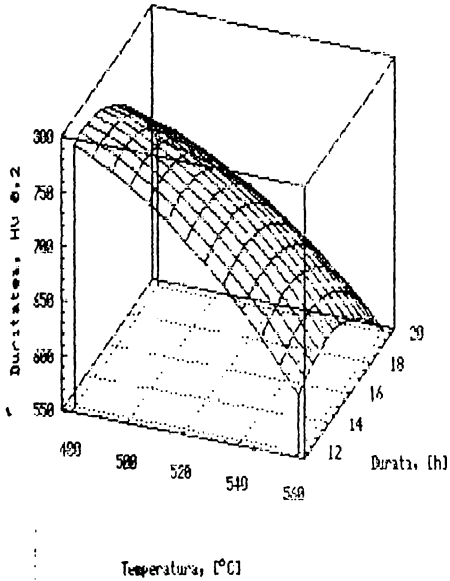


Fig.3.82.Grosimea, d [mm]
17MoCrNi14

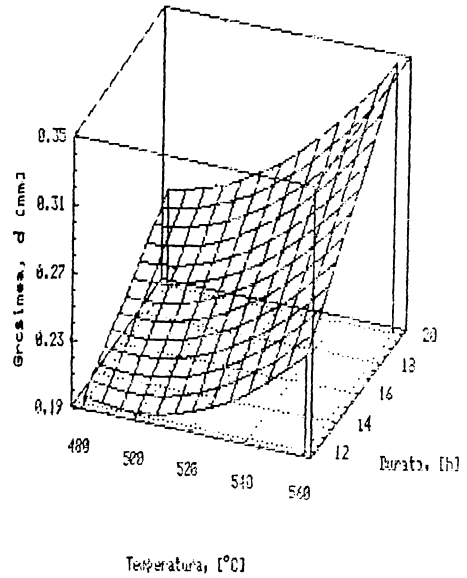


Fig.3.83.Duritatea, HV $\bar{0},2$
42MoCr11

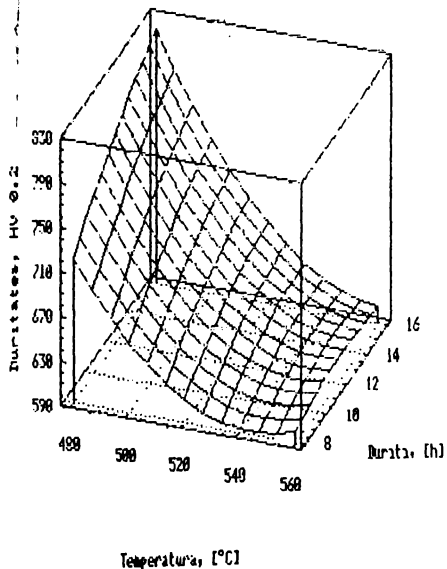
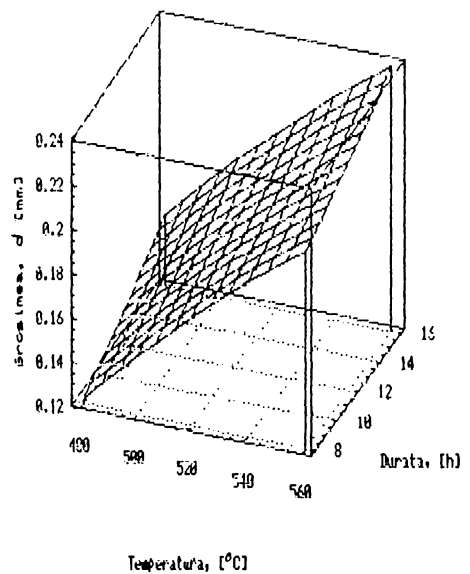


Fig.3.84.Grosimea, d [mm]
42MoCr11



Tabelul 3.21. Funcții obiectiv pentru grupa de oțeluri de cementare nitruurate ionic

Nr. crt	Factori de influență			Funcții obiectiv		Coeficienții de regresie ai funcțiilor obiectiv:	
	T, °C	τ , h	C, %	HV _{0,2}	d _N , mm		
1	480	12	2,51	830	0,105	a) duritatea stratului nitruurat ionic: $y = HV_{0,2}$	
2	520	12	2,51	705	0,20		
3	560	12	2,51	605	0,25	Constanta b ₀	6081,45
4	480	16	2,51	880	0,12	A=b ₁ pt.x ₁ =T	-17,6933
5	520	16	2,51	700	0,22	B=b ₂ pt.x ₂ = τ	28,5061
6	560	16	2,51	650	0,27	C=b ₃ pt.x ₃ =C	-172,077
7	480	20	2,51	875	0,125	AB = b ₁₂	0,0286458
8	520	20	2,51	680	0,23	AC = b ₁₃	0,340845
9	560	20	2,51	645	0,28	BC = b ₂₃	-3,85212
10	480	12	3,47	750	0,19	AA = b ₁₁	0,0131944
11	520	12	3,47	775	0,21	BB = b ₂₂	-1,07639
12	560	12	3,47	590	0,24	CC = b ₃₃	0,250002
13	480	16	3,47	815	0,22	R ²	0,901617
14	520	16	3,47	685	0,23	b) grosimea stratului nitruurat ionic: $y = d_N$	
15	560	16	3,47	600	0,30		
16	480	20	3,47	680	0,25		
17	520	20	3,47	625	0,27	Constanta b ₀	-1,87775
18	560	20	3,47	575	0,35	A=b ₁ pt.x ₁ =T	5,12027 · 10 ⁻³
19	480	12	4,89	715	0,16	B=b ₂ pt.x ₂ = τ	-0,0396007
20	520	12	4,89	630	0,18	C=b ₃ pt.x ₃ =C	0,391714
21	560	12	4,89	550	0,19	AB = b ₁₂	6,25 · 10 ⁻⁵
22	480	16	4,89	685	0,20	AC = b ₁₃	-4,66343 · 10 ⁻⁴
23	520	16	4,89	575	0,24	BC = b ₂₃	4,45128 · 10 ⁻³
24	560	16	4,89	535	0,25	AA = b ₁₁	-3,125 · 10 ⁻⁶
25	480	20	4,89	675	0,24	BB = b ₂₂	0
26	520	20	4,89	520	0,30	CC = b ₃₃	-0,0279591
27	560	20	4,89	515	0,33	R ²	0,950628

Obs.: x₃=C, C fiind concentrația, în %, luată în calcul.

Tabelul 3.22. Funcții obiectiv pentru grupa de oțeluri de îmbunătățire nitrurate ionic

Nr. crt	Factori de influență			Funcții obiectiv		Coeficienții de regresie ai funcțiilor obiectiv:	
	T, °C	τ , h	C, %	HV _{0,2}	d _N , mm		
1	480	8	1,96	625	0,19	a) duritatea stratului nitrurat ionic: $y = HV_{0,2}$	
2	520	8	1,96	605	0,22		
3	560	8	1,96	635	0,24	Constanta b ₀	3503,8
4	480	12	1,96	675	0,23	A=b ₁ pt. x ₁ =T	-4,44124
5	520	12	1,96	720	0,24	B=b ₂ pt. x ₂ = τ	120,763
6	560	12	1,96	635	0,27	C=b ₃ pt. x ₃ =C	-1997,83
7	480	16	1,96	765	0,26	AB = b ₁₂	-0,125
8	520	16	1,96	705	0,28	AC = b ₁₃	-0,169532
9	560	16	1,96	625	0,31	BC = b ₂₃	-14,2999
10	480	8	2,37	715	0,12	AA = b ₁₁	4,86111.10 ⁻³
11	520	8	2,37	620	0,17	BB = b ₂₂	-0,711806
12	560	8	2,37	595	0,21	CC = b ₃₃	525,137
13	480	12	2,37	780	0,14	R ²	0,983234
14	520	12	2,37	640	0,18	b) grosimea stratului nitrurat ionic: $y = d_N$	
15	560	12	2,37	615	0,22		
16	480	16	2,37	820	0,16		
17	520	16	2,37	660	0,20	Constanta b ₀	1,61879
18	560	16	2,37	605	0,24	A=b ₁ pt. x ₁ =T	-1,3287.10 ⁻³
19	480	8	3,10	1175	0,11	B=b ₂ pt. x ₂ = τ	7,85304.10 ⁻³
20	520	8	3,10	1155	0,13	C=b ₃ pt. x ₃ =C	-1,09082
21	560	8	3,10	1100	0,21	AB = b ₁₂	1,04167.10 ⁻⁵
22	480	12	3,10	1190	0,12	AC = b ₁₃	6,79484.10 ⁻⁴
23	520	12	3,10	1125	0,19	BC = b ₂₃	-1,9932.10 ⁻³
24	560	12	3,10	1065	0,235	AA = b ₁₁	5,20333.10 ⁻⁷
25	480	16	3,10	1125	0,13	BB = b ₂₂	-1,0417.10 ⁻⁴
26	520	16	3,10	1100	0,20	CC = b ₃₃	0,137667
27	560	16	3,10	1055	0,25	R ²	0,969583

Obs.: x₃=C, C fiind concentrația, în %, luată în calcul.

telor (fig.3.85, 3.87, 3.93 și 3.95), reprezentarea spațială (cubică) a durezza și grosimii în funcție de cei trei factori (fig. 3.86, 3.88, 3.94 și 3.96), precum și curbele de nivel constant pentru duritate și grosime în corelare cu variația a doi câte doi factori (concentrație-temperatură, concentrație-durată) în fig. 3.89 - 3.92 și fig.3.97 - 3.100.

Din histograma efectelor rezultă că duritatea după nitrurarea oțelurilor din grupa celor de cementare este puternic influențată de temperatură și de concentrație (datorită conținutului mai mare de Ni, a cărui influență se vede din fig.3.67), scăzând cu măririle lor, și foarte puțin (neglijabil) de durată. Duritatea oțelurilor de îmbunătățire nitrurate este influențată de compoziția chimică (crește foarte mult), temperatura o influențează descrescător, iar durata are o influență aproape nesemnificativă. În ceea ce privește grosimea de strat, în general, temperatura și durata o influențează pozitiv, iar concentrația conduce la diminuarea ei.

Este necesar să se facă precizarea că aspectele relatate sunt valabile, în context general, ca o medie pentru fiecare grupă de oțeluri studiate, astfel că ele trebuie particularizate, de la caz la caz, prin referire la histograma efectelor și la curbele de nivel constant, pentru fiecare oțel în parte.

Reprezentările spațiale (simultan, în funcție de temperatură, durată și concentrație) ale durezza și grosimii stratului nitrurat ionic scot în evidență valorile lor minime și maxime, obținute la extremitățile intervalelor de definiție ale celor 3 factori. De exemplu, la oțelurile cu conținut scăzut de carbon, duritatea maximă (845 HV_{0,2}) rezultă la concentrația minimă de 2,51%, corespunzătoare oțelului 20TiMnCr12 (v.ANEXA I), datorită în principal Ti, și la regimul de 480°C/12h, în timp ce, la oțelurile de îmbunătățire nitrurate, durezza cele mai ridicate s-au obținut pentru concentrația maximă de 3,1%, corespunzătoare oțelului 39MoAlCr15 (v. ANEXA I), datorită nitrurii de fier aliate cu aluminiu - foarte dură, și la temperatura de 480 °C, durata între 8 și 16 ore modificând foarte puțin duritatea (de la 1178 la 1173 HV).

Ca și în cazul histogramelor efectelor, se face precizarea că reprezentarea spațială este doar orientativă pentru obținerea unei concluzii globale medii, studiul concret al unui anumit oțel,

Fig.3.85.Histograma efectelor
Oțeluri de cementare

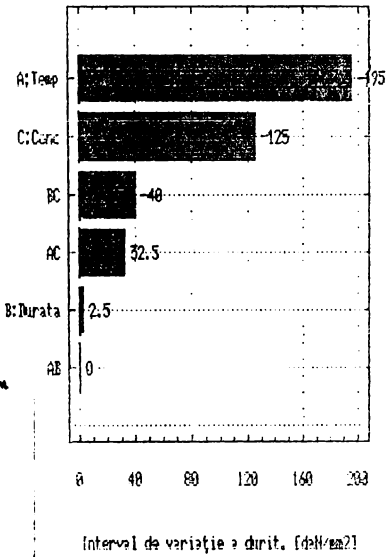


Fig.3.86.Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de cementare

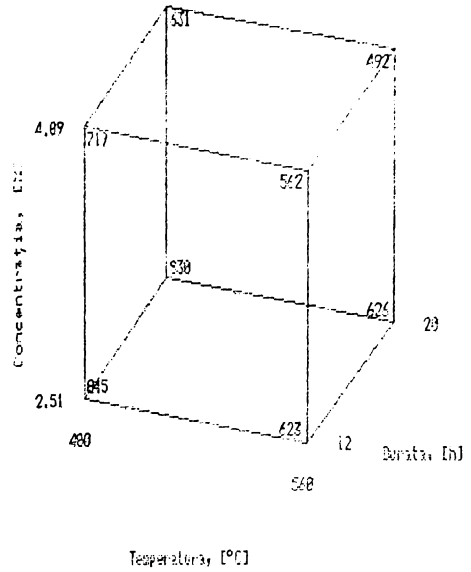


Fig.3.87.Histograma efectelor
Oțeluri de cementare

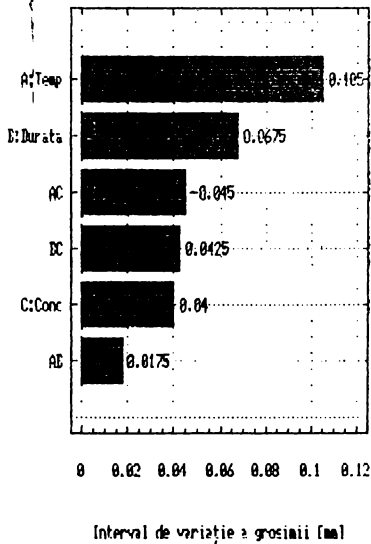


Fig.3.88.Grosimea, d [mm]
Oțeluri de cementare

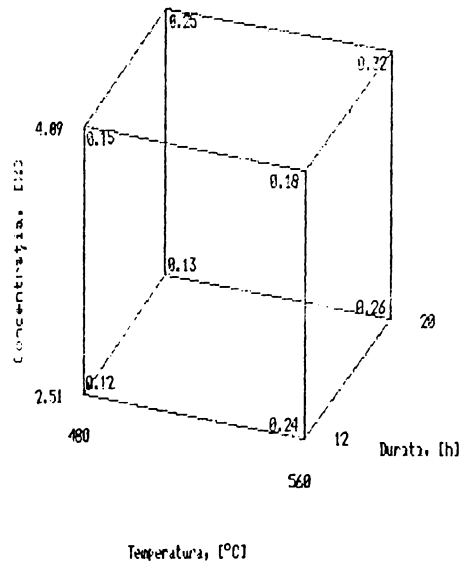


Fig. 3.89. Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de cementare

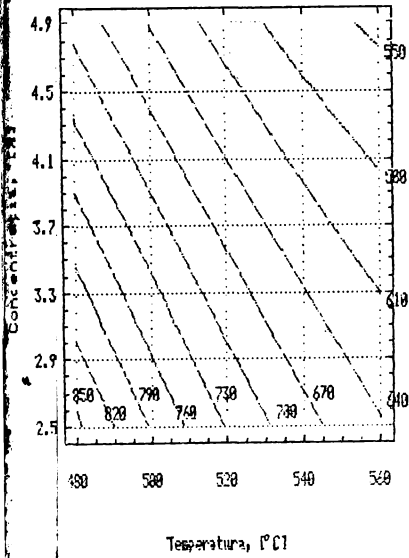


Fig. 3.90. Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de cementare

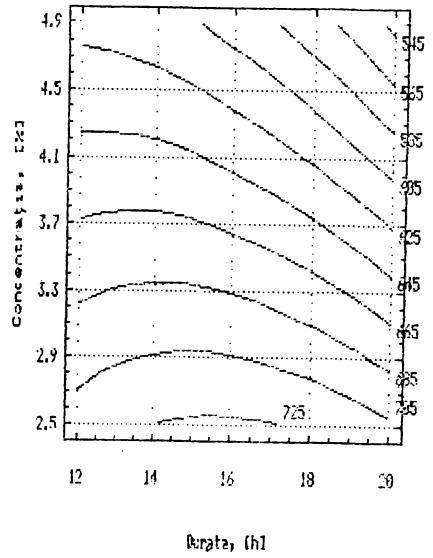


Fig. 3.91. Grosimea, d [mm]
Oțeluri de cementare

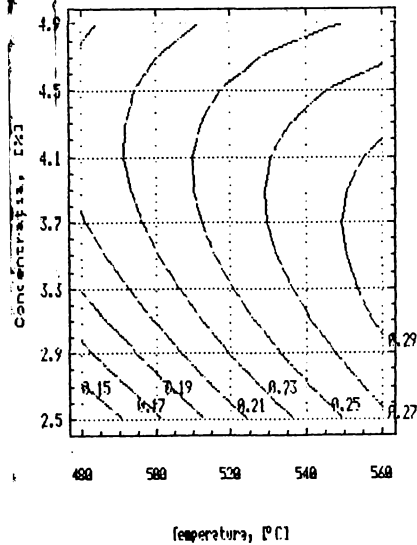


Fig. 3.92. Grosimea, d [mm]
Oțeluri de cementare

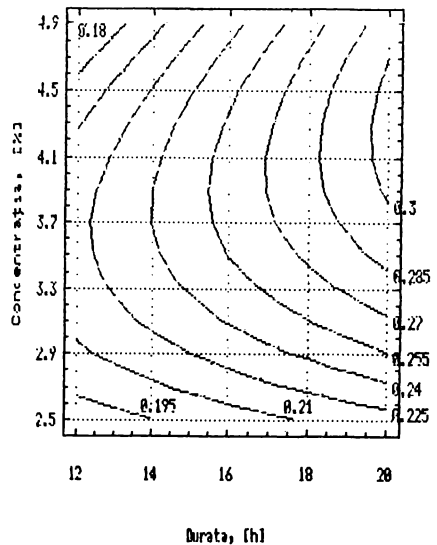


Fig. 3.93 Histograma efectelor
Oțeluri de îmbunătățire

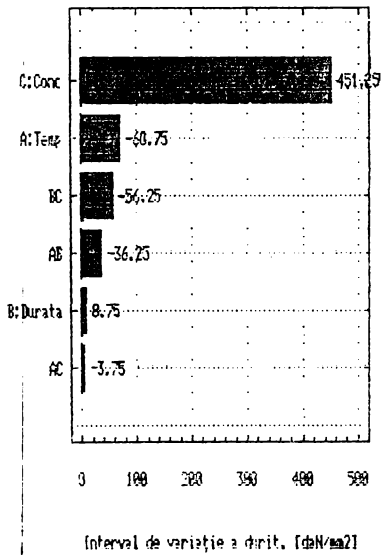


Fig.3.94.Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de îmbunătățire

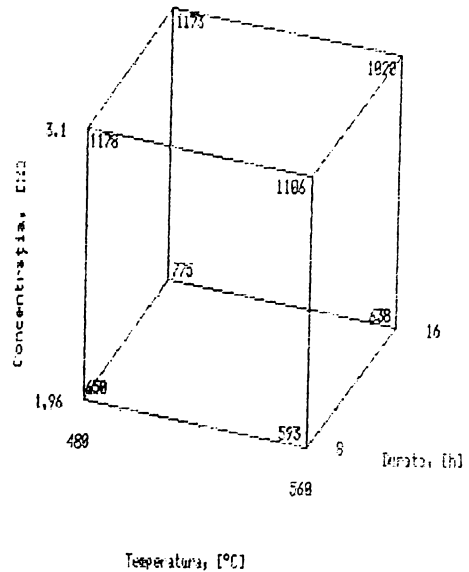


Fig.3.95Histograma efectelor
Oțeluri de îmbunătățire

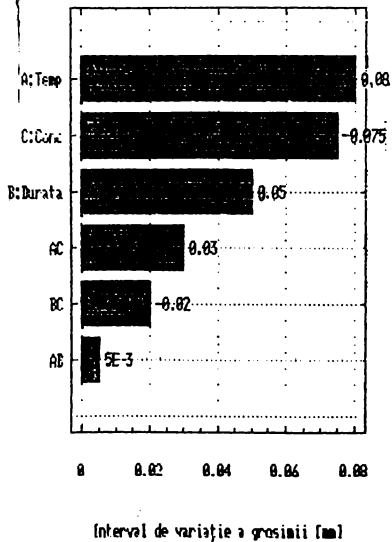


Fig.3.96.Grosimea, d [mm]
Oțeluri de îmbunătățire

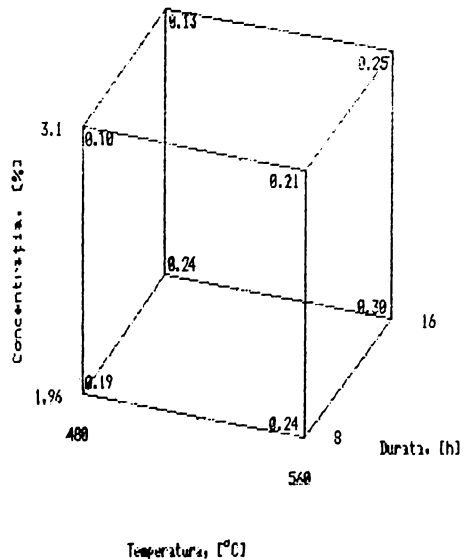


Fig. 3.97 Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de îmbunătățire

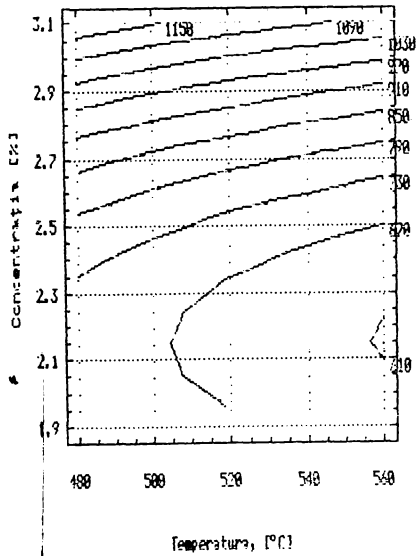


Fig. 3.98 Duritatea, HV 0,2
Oțeluri de îmbunătățire

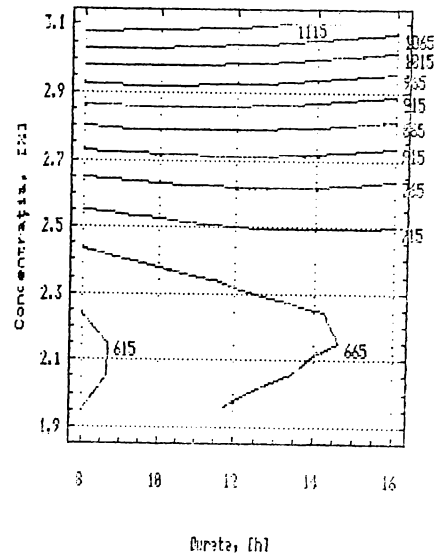


Fig. 3.99 Grosimea, d [mm]
Oțeluri de îmbunătățire

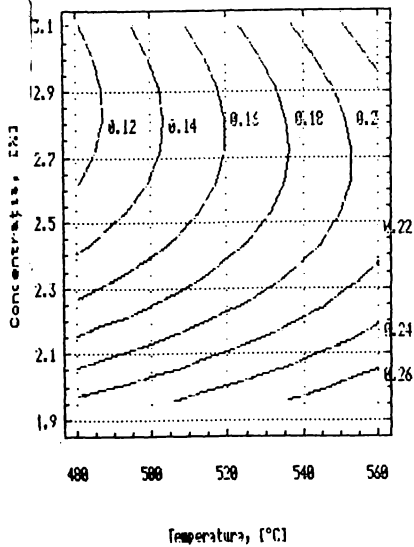
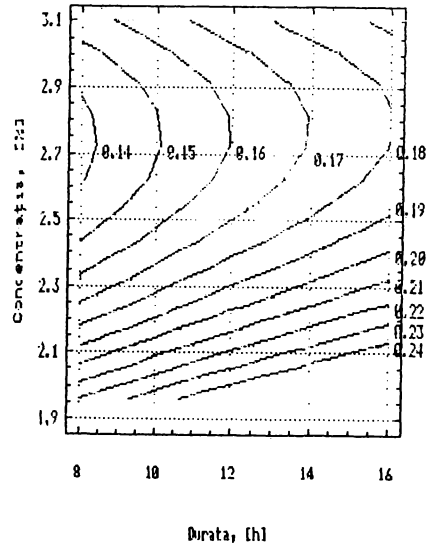


Fig. 3.100 Grosimea, d [mm]
Oțeluri de îmbunătățire



precum și analiza particulară a naturii compoziției acestuia privind influența fiecărui element de aliere asupra funcțiilor obiectiv putându-se face numai cu ajutorul histogramelor și curbelor de nivel constant specifice oțelului studiat.

Din cele prezentate în acest paragraf, se poate conchide că modelarea matematică a funcțiilor obiectiv ale nitrurării ionice conduce la realizarea unor relații optime între acestea și parametrii tehnologici ai tratamentului, reținându-se dependența neliniară dintre funcțiile obiectiv și factorii de influență.

3.7. Influența stării antenitrurare a pieselor asupra structurii și caracteristicilor straturilor nitrurate ionic

Experimentările s-au efectuat pe probe prelevate din bare cilindrice supuse, în prealabil, tratamentelor de recoacere (750°C/cuptor), normalizare (860°C/aer) și îmbunătățire (călire la 860°C/ulei, urmată de revenire înaltă la 600°C/ulei).

Microstructurile corespunzătoare celor trei stări sunt redată în fig.3.101, fig.3.102 și fig.3.103.



Fig.3.101. Oțelul 40Cr10 în stare recoaptă. 500x.



Fig.3.102. Oțelul 40Cr10 în stare normalizată. 500x.

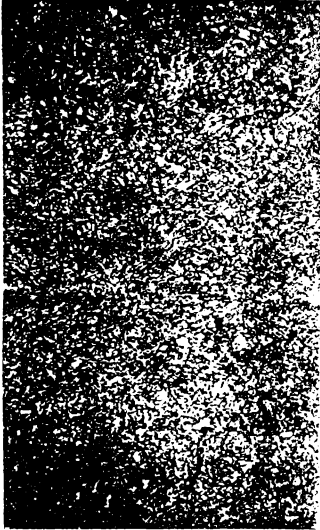


Fig.3.103. Oțelul 40Cr10 în stare îmbunătățită.500x

Pentru starea recoaptă se observă grăunți poliedrici de ferită și perlită în cantități aproximativ egale, pentru starea normalizată - perlită și o cantitate mică de ferită liberă, iar pentru starea îmbunătățită se remarcă sorbita de revenire fin dispersată.

După tratamentele preliminare menționate, probele au fost rectificat plan-paralel și pregătite prin procedee specifice în vederea nitrurării ionice.

Parametrii termotemporalii folosiți sunt cei indicați în tabelul 3.23.

În urma nitrurării s-a procedat la pregătirea metalografică a probelor în vederea efectuării unor analize microscopice a structurii stratului nitrurat și încercări de microduritate, ce au vizat determinarea grosimii acestuia.

Analizele macro- și microscopice au evidențiat, pentru toate regimurile de nitrurare utilizate, absența defectelor superficiale de tipul microfisurilor sau a porilor.

Concomitent, investigațiile metalografice (fig.3.104, fig. 3.105 și fig.3.106) asupra structurii stratului nitrurat ionic au reliefat existența celor două zone (straturi) distincte (zona de combinație, de culoare albă, ea apărând la temperaturi mai mari de 500°C, și zona de difuzie, de culoare închisă, vezi și fig.3.14), pentru toate cele trei stări antenitrurare.

Grosimea stratului nitrurat s-a determinat din curbele care exprimă gradientul de duritate pe secțiunea probelor, ea corespunzând distanței la care se obține valoarea durității convenționale (HV_0), duritate calculată cu relația (3.9).

Valorile microdurateților (care sunt maxime) obținute la suprafața probelor nitrurate ionic și celor din miezul acestora, aflat în stările antenitrurare, precum și ale grosimii stratului pentru toate regimurile studiate sunt înregistrate în tabelul 3.23.

Tabelul 3.23. Principalele caracteristici ale stratului nitrurat ionic

Starea antenitrurare	Regimul de nitrurare ionică		Duritatea miezului, HV_{miez}	Caracteristicile stratului nitrurat ionic	
	T, °C	τ , h		HV_{max}	d, mm
Recoaptă	480	8	286	773	0,22
		12	296	753	0,25
		16	293	726	0,29
	520	8	281	687	0,25
		12	296	649	0,27
		16	291	613	0,32
	560	8	289	657	0,28
		12	294	624	0,33
		16	283	578	0,37
Normalizată	480	8	341	918	0,18
		12	329	866	0,22
		16	334	726	0,26
	520	8	339	795	0,21
		12	329	773	0,24
		16	317	695	0,27
	560	8	343	670	0,25
		12	327	632	0,27
		16	321	620	0,30
Îmbunătățită	480	8	317	788	0,19
		12	347	773	0,23
		16	341	746	0,26
	520	8	336	726	0,22
		12	329	713	0,25
		16	341	677	0,28
	560	8	317	649	0,24
		12	323	616	0,27
		16	329	605	0,31

În general, duritatea stratului de difuzie depinde de natura și cantitatea nitrurilor precipitate pe marginea grăunților, respectiv de gradul de finețe și coerență al acestora cu soluția α . Astfel, o precipitare puternică a nitrurilor și un grad de finețe și coerență ridicat conduc la obținerea unei durități maxime. Din tab.3.23 se reține că duritatea maximă (918 $HV_{0,2}$) s-a obținut la regimul de 480°C/8h, pe epruveta anterior normalizată, deci la temperatura cea mai scăzută și timpul cel mai mic (aceeași lege de va-

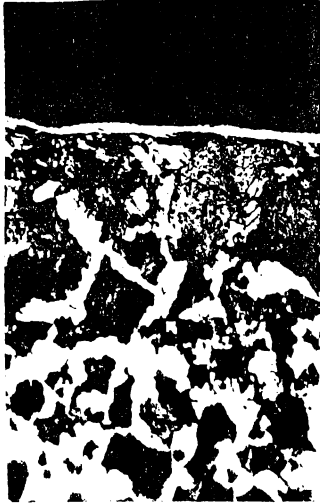


Fig.3.104. Microstructura stratului nitrurat ionic la 520°C/12h, pentru starea inițială re-coaptă. 500x.



Fig.3.105. Microstructura stratului nitrurat ionic la 520°C/12h, pentru starea inițială normalizată. 500x.



Fig.3.106. Microstructura stratului nitrurat ionic la 520°C/12h, pentru starea inițială îmbunătățită 500x.

riație și pentru celelalte două stări, recoaptă și îmbunătățită).

Măsurătorile de microduritate în adâncimea de nitrurare au reliefat dependența grosimii stratului de parametrii termotemporal într-un raport direct proporțional (de ex., de la 0,18 mm la 480°C/8h la 0,30 mm obținută la 560°C/16h, în cazul epruvetelor anterior normalizate).

De asemenea, grosimea stratului nitrurat ionic a avut valori mai ridicate la epruvetele anterior recoapte, comparativ cu celelalte stări antenitrurare datorită unei mai bune difuzii a azotului printr-o structură poliedrică.

Aceste considerente vin în sprijinul ideii potrivit căreia, atunci când se doresc grosimi mari, se măresc corespunzător temperatura și durata, iar pentru durități ridicate se reduc cei doi parametri.

3.8. Influența parametrilor tehnologici asupra calității (rugozității) suprafețelor pieselor nitrurate ionic

Studiul modificărilor calității suprafețelor pieselor în urma nitrurării ionice are o mare importanță asupra evaluării corecte a rugozității, respectiv obținerii, în final, pe suprafețe a rugozităților impuse de rolul funcțional al pieselor.

Înainte de determinarea propriu-zisă a rugozității, se examinează cu ochiul liber, cu lupa sau chiar cu microscopul la o mărire de câteva zeci de ori aspectul exterior al suprafețelor, care nu trebuie să prezinte fisuri, crăpături sau exfolieri ale stratului. Referitor la culoarea suprafeței unei piese nitrurate, aceasta este, în condițiile desfășurării corecte a procesului, gri-mat (poate fi și neagră, datorită depunerilor de negru de fum prin intrarea accidentală a vaporilor de ulei din pompa de vid, situație evident nedorită). Existența culorilor de revenire (mai ales cea albastră), ca urmare a prezenței, totuși accidentale, oxigenului în atmosfera de nitrurare, nu constituie un indiciu de rebutare a pieselor, ci, dimpotrivă, formarea oxidului de fier (feroxarea) ar mări rezistența la coroziune, pe de o parte, dar, pe de altă, oxigenul afectează negativ desfășurarea procesului de nitrurare ionică, deci practic prezența oxigenului este de nedorit.

Măsurătorile rugozimetrice asupra epruvetelor examinate au fost efectuate cu ajutorul unui profilometru tip N 2801, asociat cu un profilograf, înainte și după nitrurare, înregistrând valorile lui R_a (abaterea medie a profilului) direct pe profilometru și măsurând valorile lui R_{max} (înălțimea maximă a neregularităților) pe diagramele profilului înregistrate de profilograf.

Rezultatele măsurătorilor efectuate pe probele din 42MoCr11 sunt redată în tab.3.24, iar profilogramele în fig.3.107, pentru diferite regimuri de nitrurare ionică [104]. Din analiza acestora, se reține că nitrurarea ionică are, în general, efecte pozitive asupra calității suprafețelor, mai ales cu creșterea temperaturii și duratei de nitrurare. Explicația micșorării rugozității este nivelarea neregularităților suprafețelor, datorită pulverizării catodice, bombardamentului ionic și eventualei aderențe a particulelor foarte fine de material desprins în cavitățile asperităților.

Tabelul 3.24. Valorile mărimilor R_a și R_{max} pentru diferite regimuri de nitrurare ionică [104].

Regimurile de nitrurare ionică		R_a [μm]		R_{max} [μm]	
		înainte	după	înainte	după
T [$^{\circ}\text{C}$]	τ [h]	nitrurare ionică		nitrurare ionică	
480	4	0,31	0,25	1,86	1,97
	8		0,24		1,87
	12		0,29		1,71
	24		0,27		1,51
520	4	0,29	0,26	1,74	1,61
	8		0,22		1,32
	12		0,25		0,96
	24		0,26		0,90
560	4	0,28	0,22	1,68	0,72
	8		0,23		0,67
	12		0,24		0,51
	24		0,20		0,49

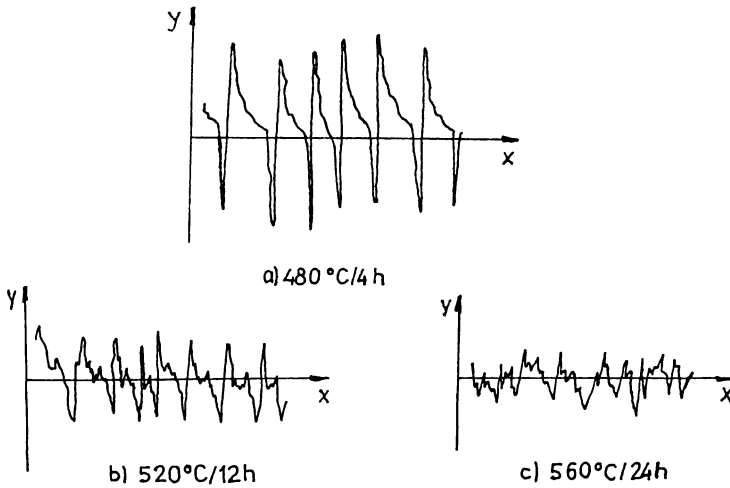


Fig.3.107. Profilogramele suprafețelor nitrurate ionic [104].

O remarcă foarte importantă pentru tehnologul de produs este aceea de a ține cont de configurația pieselor ce se supun nitrurării (piesele cu găuri înfundate sau cu cavități la care $h > D$ se acoperă, v. § 3.2.2.2). Calitatea suprafețelor nitrurate se poate îmbunătăți prin prelucrări mecanice de lepuire, honuire sau lustruire.

3.9. Influența regimului de nitrurare ionică asupra dimensiunilor și formei pieselor

Creșterea duratei de funcționare și a fiabilității mașinilor, agregatelor, utilajelor și instalațiilor de mare putere constituie un obiectiv primordial al industriei constructoare de mașini.

Unul din factorii determinanți ai creșterii fiabilității este precizia de prelucrare a pieselor. Ea este caracterizată prin obținerea unei înalte precizii dimensionale, de formă și de poziție, precum și a unei calități corespunzătoare a suprafețelor tratate.

Nitrurarea ionică este, în general, un tratament termochimic fără deformații, datorită temperaturilor relativ joase de tratament

Micile modificări dimensionale și de formă, dacă apar, sunt determinate de creșterea volumului specific al stratului nitrurat, ca urmare a difuziei azotului și formării nitrurilor, precum și de influența termică, prin răcirea de la temperatura de tratament la temperatura ambiantă.

Este foarte important pentru inginerul tehnolog să cunoască influența parametrilor termo-temporali ai nitrurării ionice asupra variațiilor dimensionale ale pieselor pentru a stabili corect adâncimea de prelucrare ulterioară prin superfinisare, astfel încât dimensiunile să se încadreze în câmpul de toleranțe impus de funcționalitatea pieselor.

Pentru a evidenția modificările dimensionale după nitrurare ionică, s-au efectuat măsurători ale diametrului tolerat al epruvețelor, înainte și după tratament, prin intermediul aparatului ORTO-TEST, având precizia de $\pm 1 \mu\text{m}$. Dimensiunea nominală a diametrului a fost măsurată cu micrometrul, stabilind la aparat distanța corespunzătoare diametrului cu ajutorul unor cale plan-paralele.

Rezultatele măsurărilor efectuate pe probe din oțelurile 13CrNi30 și 42MoCr11 sunt prezentate în tabelul 3.25 [104]. Modificările dimensionale apărute se datorează influenței regimurilor aplicate (cu creșterea temperaturii și duratei de nitrurare se obțin variații maxime de $14 \mu\text{m}$), de calitatea materialului probelor și de dimensiunile acestora.

În ceea ce privește abaterea de la forma geometrică a probelor (ovalitate) și cea de la poziție (paralelism), acestea nu s-au

Tabelul 3.25. Modificări dimensionale ale probelor din 13CrNi30 și 42MoCr11 nitrurate ionic [104]

T [°C]	480			520
τ [μm] / / D [mm]	Diametrul D_i inițial, mm	Diametrul D_f final, mm	$D_f - D_i$, μm	Diametrul D_i inițial, mm
OȚEL 13CrNi30				
4	23,373	23,376	3	23,419
8	23,339	23,345	6	23,371
12	23,334	23,340	6	23,328
16	23,301	23,308	7	23,340
20	23,329	23,337	8	23,385
24	23,302	23,314	12	23,319
OȚEL 42MoCr11				
4	27,681	27,684	3	27,807
8	27,863	27,870	7	27,703
12	27,751	27,760	9	27,883
16	27,788	27,798	10	27,839
20	27,711	27,722	11	27,822
24	27,704	27,717	13	27,751

constatat. Însă, abateri de tipul conicitate (de formă) sau perpendicularitate (de poziție) au apărut. Determinarea acestor abateri s-a făcut pe două probe din 42MoCr11 având dimensiunile ϕ 40x25 mm, așezate pe discul de prindere a catozilor instalației și nitrurate la 520°C/12h. După nitrurare, probele au fost rectificatice plan pe suprafața liberă, pe o adâncime de 0,5 mm, pentru îndepărtarea stratului, iar apoi una din probe a fost debitată în două, suprafețele rezultate fiind și ele rectificatice [105].

În continuare, s-a trecut la determinarea durității pe două direcții radial-perpendicularare, pe cele patru suprafețe notate cu a, b, c și d, valorile microdurităților fiind reprezentate în fig. 3.108, iar variația grosimii stratului nitrurat ionic în fig.3.109.

Din figurile prezentate se observă că atât duritatea cât și grosimea stratului scad de la suprafața "liberă" (a), la suprafețele de debitare (b și c), spre suprafața de "așezare" (d). Această scădere își găsește explicația în micșorarea coeficienților de di-

Tabelul 3.25 (continuare)

520		560		
Diametrul D_f , final, mm	$D_f - D_i$, μm	Diametrul D_i , inițial, mm	Diametrul D_f , final, mm	$D_f - D_i$, μm
OȚEL 13CrNi30				
23,422	3	23,452	23,457	5
23,378	7	23,365	23,369	4
23,335	7	23,354	23,363	9
23,349	9	23,375	23,383	8
23,395	10	23,346	23,359	13
23,332	13	23,401	23,414	13
OȚEL 42MoCr11				
27,812	5	27,818	27,826	8
27,709	6	27,675	27,681	6
27,890	7	27,790	27,799	9
27,850	11	27,767	27,778	11
27,832	10	27,756	27,767	11
27,763	12	27,741	27,755	14

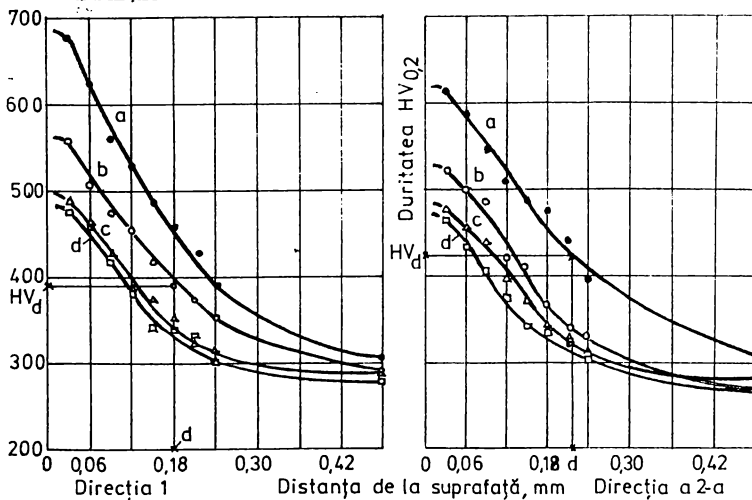


Fig.3.108. Variația radială a durității pe suprafețele a, b, c și d [105].

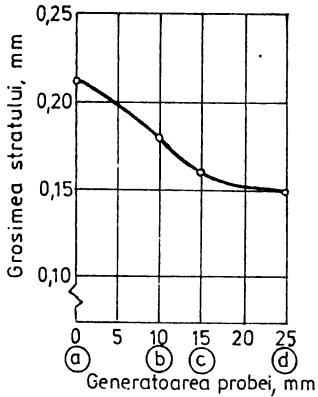


Fig. 3.109. Variația grosimii medii de strat nitrurat de-a lungul generatoarei probei [105].

După nitrurare, probele au fost rectificat pe cele două suprafețe frontale (a și d) și s-au efectuat măsurători de microduritate (tabelul 3.26) [105].

fuzie și a mobilității purtătorilor de sarcină (ioni sau electroni), în zona de contact probă-disc, ca urmare a modificării proporționalității dintre fluxul de particule și gradientul de concentrație pe de-o parte, iar pe de alta datorită schimbării proporționalității dintre viteza mișcării orientate a sarcinilor și câmpul electric [3], sarcinile având, în zona de contact, o mișcare dezordonată.

Plecând de la aceste considerente, s-a trecut mai departe la așezarea altor cinci probe pe discul instalației prin intermediul unor șuruburi speciale (fig. 3.110), aplicându-se același regim de nitrurare ionică.

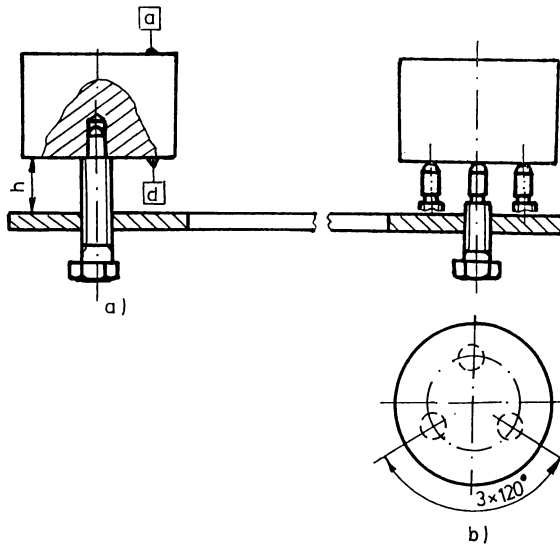


Fig. 3.110. Fixarea în dispozitiv a probelor: a) în orificii; b) pe suprafață plană [105].

Tabelul 3.26. Variația microdureității HV_{0,2}, pe suprafețele a și d, pentru probele nitrurate în dispozitiv [105].

Distanța de la suprafață, mm		0,03	0,06	0,09	0,12
Proba nr.1	a	625	584	520	501
	d	310	307	307	305
2	a	609	578	509	498
	d	312	310	307	307
3	a	621	584	544	537
	d	513	498	466	457
4	a	613	557	532	520
	d	598	532	523	498
5	a	628	593	537	513
	d	617	578	528	505

Tabelul 3.26 (continuare)

0,15	0,18	0,21	0,24	miez	HV _a	d, mm
486	437	412	376	286	411	0,21
303	303	301	299	296	-	-
479	444	417	396	299	413	0,215
307	305	299	296	292	-	-
501	466	420	387	301	418	0,21
441	363	357	334	291	376	0,17
476	438	412	396	303	417	0,205
466	420	407	381	293	407	0,21
495	441	418	393	289	414	0,215
479	441	412	387	292	411	0,21

Analizând valorile durităților prezentate în tabel, se poate conchide:

- probele nr.1 și 2, fixate în dispozitiv la h=4 mm și, respectiv, la h=6 mm, nu s-au nitrurat pe suprafața "d" (creșterea durității fiind nesemnificativă față de duritatea miezului), deoarece în spațiul respectiv a avut loc o concentrare sporită de ioni, procesul de difuzie fiind astfel frânat;

- proba nr.3, așezată la 8 mm de disc, prezintă pe suprafața "d" valori mai scăzute de duritate decât pe "a" și o grosime de strat mai mică, fapt ce se explică în moa analog cu situația "proba așezată direct pe disc", menționată mai înainte;

- probele nr.4 și 5, așezate la distanțe de 10 și, respectiv, 12 mm, prezintă durități și grosimi aproximativ egale pe cele două suprafețe, deci o repartitie uniformă a caracteristicilor de-a lungul generatoarei probelor.

În consecință, piesele nu se așază direct pe discul instalației de nitrurare ionică, ci în dispozitive corespunzătoare (fig. 3.111 [39], în vederea obținerii unei repartitii uniforme a durității și grosimii de strat, respectiv

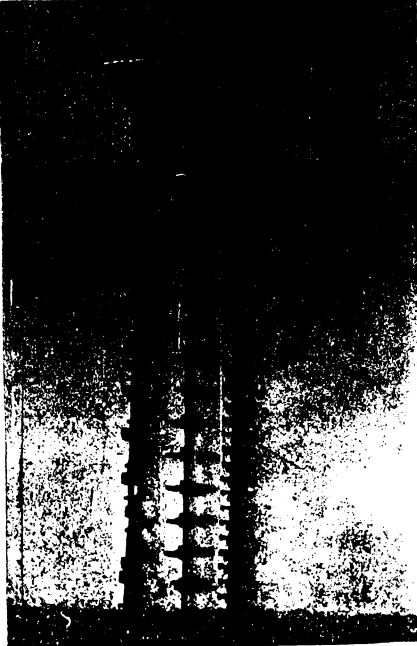


Fig.3.111. Dispozitive pentru nitrurarea ionică a diferitelor forme și dimensiuni de piese [39].

a evitării variațiilor dimensionale și de formă. De asemenea, distanța minimă de așezare a pieselor față de disc, în dispozitive adecvate, și între ele este de 10-12 mm, dar pentru siguranță se alege o distanță de cel puțin 20 mm.

Probleme deosebite din punct de vedere tehnologic atât la prelucrările mecanice, cât și la tratamentul termic, în general, ridică piesele de formă complexă, de tipul coliviilor de ghidare ale șuruburilor cu role.

În construcția de mașini, mecanismele cu șurub cu role sunt tot mai des utilizate, datorită avantajelor de ordin funcțional pe care le prezintă. Buna funcționare a acestor șuruburi influențează direct asupra preciziei sau mecanismelor din care ele fac parte. Totodată, comportarea mecanismului cu șurub cu role este determinată de proprietățile șurubului și ale rotelor, privind calitatea execuției și caracteristicile mecanice ale acestora, precum și de cele ale coliviilor de ghidare (fig.3.112) [106].

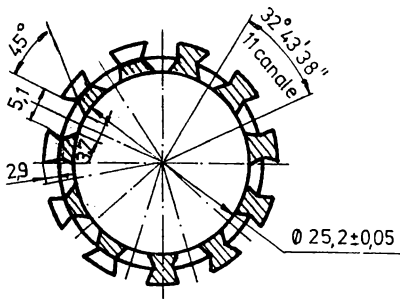
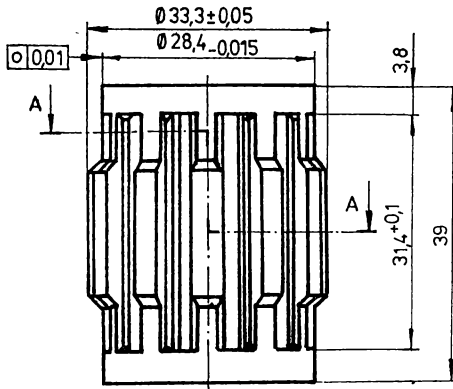


Fig.3.112. Colivie de ghidare [106]

600°C/aer) la o duritate de 28-32 HRC;

- strunjiri de degroșare și finisare;
- rectificare cilindrică interioară, exterioară și plană la cote finale;
- prelucrarea canalelor prin electroeroziune (degroșare și finisare);
- nitrurare ionică la 560°C/12h, pentru asigurarea caracteristicilor de strat (duritate maximă de 1100 HV_{0,2} și o grosime de 0,25mm) impuse de proiectantul produsului, coliviile fiind așezate liber pe discul instalației.

Varianta a II-a:

- strunjire de degroșare exterioară și găurire;
- tratament termic de îmbunătățire (idem varianta I);

Dificultăți apar la realizarea preciziei de execuție a celor 11 canale pentru role (încadrarea deformațiilor în limite admisibile atât la prelucrarea mecanică cât și la tratament), precum și la asigurarea unei duriități ridicate pe suprafețele active de minimum 750-850 HV, colivia fiind executată din oțelul 39MoAlCr15.

Pentru asigurarea cerințelor de formă, precizie și duritate s-au adoptat două variante tehnologice de fabricare a coliviilor de ghidare.

Varianta I:

- strunjire de degroșare exterioară și găurire;
- tratament de îmbunătățire (călire de la 850°C în ulei și revenire înaltă la

- strunjiri de degroșare și finisare;
- detensionare la 230°C/3h/cuptor;
- rectificare cilindrică interioară, exterioară și plană la cote finale;
- detensionare la 230°C/3h/cuptor;
- prelucrarea canalelor prin electroeroziune (degroșare și finisare);
- nitrurare ionică la 560°C/12h, utilizând dispozitive adecvate de fixare și așezare a coliviilor (fig.3.113) [106].

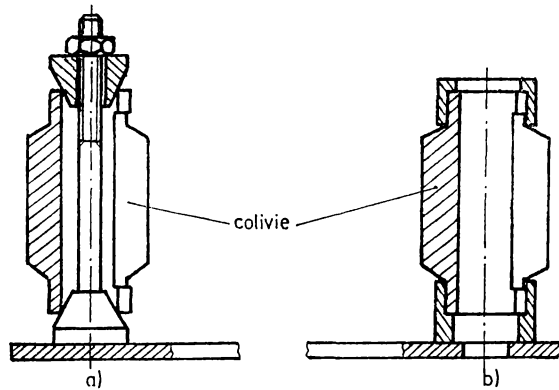


Fig.3.113. Dispozitive de fixare și așezare a coliviei de ghidare : a) cu strângere pe suprafețe conice; b) cu bucșă protectoare [106].

Datorită complexității formei și grosimilor mici ale pereților coliviei, în urma prelucrărilor mecanice s-au înregistrat abateri de la circularitate de 0,02-0,04 mm la varianta I, care s-au amplificat cu ocazia efectuării nitrurării ionice până la valori de 0,03-0,07 mm, în cazul așezării libere a coliviilor pe disc.

Măsurătorile s-au efectuat cu ajutorul unui pasmetru având precizia de măsurare de $\pm 1 \mu\text{m}$, la cota de $\phi 28,5_{-0,015}$ mm, utilizând și un dispozitiv de divizare adecvat.

Valorile abaterilor de la circularitate după prelucrare și nitrurare sunt repartizate pe circumferința coliviei și reprezentate grafic conform fig.3.114 [106]. Apariția acestor abateri și după nitrurare se explică, probabil, datorită modificării proporționalității dintre fluxul de particule și gradientul concentrației de

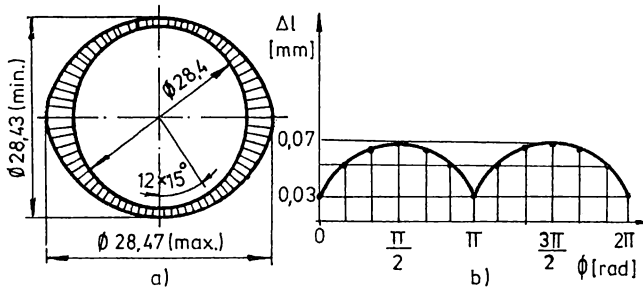


Fig.3.114. Reprezentarea abaterilor de la circularitate [106].

azot la capetele canalelor, pe muchiile acestora, precum și datorită mișcării dezordonate a sarcinilor în câmpul electric creat, realizându-se, astfel, șocuri termice variabile, variații inegale de volum și, deci, o tensionare zonală.

Ca urmare a neajunsurilor semnalate la varianta I, s-a recurs în varianta a II-a, la efectuarea unor detensionări după operațiile de strunjire și rectificare, la 230°C timp de 3 ore, și la utilizarea dispozitivelor prezentate în fig.3.114. În aceste condiții, deformațiile au înregistrat o diminuare, încadrându-se în intervalul 0,005-0,015 mm, inclus în câmpul de toleranțe al coliviei.

Din cele prezentate, se poate conchide că, în cazul pieselor de complexitate ridicată (de ex., de tipul coliviilor de ghidare), intercalarea detensionărilor între operațiile de prelucrări mecanice și utilizarea, în timpul nitrurării ionice, a unor dispozitive adecvate pentru montarea pieselor respective (coliviilor) conduc la reducerea (eliminarea) deformațiilor, în condițiile în care se asigură o creștere importantă a durității superficiale și, deci, a durabilității pieselor (coliviilor), precum și a bunei funcționări a acționărilor cu șurub cu role sau a altor acționări de mare importanță.

Cap.4. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA UZARE

4.1. Noțiuni introductive

Corelația calitate-durabilitate-fiabilitate se impune a fi completată și cu asigurarea cerințelor tribotehnice legate de problemele frecării, uzării și ungerii componentelor unui anumit sistem mecanic (aparat, mașină, agregat, instalație) [107].

Încercarea materialelor la uzare diferă de alte tipuri de încercări fizico-mecanice, deoarece distrugerea are loc în straturile superficiale, unde iau naștere numeroase fenomene și procese de natură mecanică, termică, electrică, chimică etc., a căror influență este practic greu de separat.

Multitudinea fenomenelor și proceselor care au loc în straturile superficiale ale pieselor în frecare conduce la modificări ale geometriei (rugozității) suprafețelor în contact (geometria fiind determinată și de particulele abrazive din exterior sau rezultate din procesul de uzare), ale structurii acestora (dezvoltare a defectelor, fenomene de termodifuzie în sau între straturile superficiale în contact, dizolvări de carburi etc.) și, în final, la formarea unor straturi superficiale cu caracteristici specifice [108].

Superioritatea nitrurării ionice față de nitrurarea gazoasă sau față de alte tratamente termice și termochimice se pune în evidență nu numai prin valoarea durității, ci și prin creșterea rezistenței la uzare a stratului nitrurat.

Prin aplicarea nitrurării ionice unor organe de mașini sollicitate intens la uzare se urmărește obținerea următoarelor efecte de natură tehnologică, economică și, în același timp, tribologică:

- menținerea unei anumite stări de calitate (rugozitate) a suprafețelor în contact sau producerea unor anumite porozități de utilitate funcțională (pentru ungere), care pot fi impregnate cu MoS, grafit etc.;

- realizarea tratamentului la o temperatură cât mai scăzută pentru prevenirea deformațiilor;

- reducerea duratei totale a tratamentului, respectiv iefti-

nirea procedului;

- creșterea durtății, respectiv a rezistenței la uzare.

Uzarea, prin desprinderea de material și prin modificarea stării inițiale a suprafețelor în contact, are ca rezultat uzura (particule desprinse, deteriorare a suprafețelor, reducere a dimensiunilor pieselor etc.).

Uzura poate fi: liniară (U_l), volumetrică (U_v) sau masică (gravimetrică) (U_g) și rezultă în urma unei viteze de uzare (uzura raportată la unitatea de timp) v_l , v_v sau v_g ori a unei intensități de uzare (uzura raportată la unitatea de lungime) I_l , I_v sau I_g .

Un tribosistem industrial [109, 110] este un ansamblu de două corpuri materiale (din care cel puțin unul este solid) în mișcare relativă, supus unei încărcări date într-un mediu cunoscut.

Ținând seama de tipul mișcării relative și de natura materialelor în contact, se pot defini patru tipuri de tribosisteme:

- de alunecare sau de alunecare cu rostogolire (fig.4.1 a);
- de rostogolire sau de rostogolire cu alunecare (fig.4.1 b);
- abrazive (fig.4.1 c);
- de cavitație (fig.4.1 d).

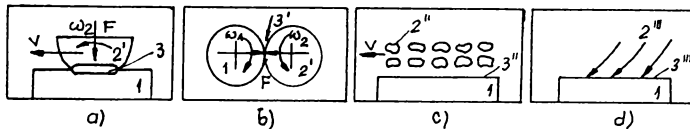


Fig.4.1. Tipuri de tribosisteme [110].

Cele mai des întâlnite în practica industrială sunt primele trei și, dintre acestea, se analizează doar sistemele al doilea și al treilea, dat fiind volumul imens de determinări și condițiile de încercare specifice fiecărui sistem și, îndeosebi, celui de cavitație.

Referitor la tribosistemul de rostogolire sau rostogolire cu alunecare, rezultatele prezentate sunt preluate din literatura de specialitate, cercetările în acest sens fiind extrem de laborioase.

4.2. Încercarea la uzare prin rostogolire sau rostogolire cu alunecare

Grupa tribosistemelor de rostogolire și rostogolire cu alunecare cuprinde lagărele cu rulmenți, roțile dințate, roțile de fricțiune, roțile de lanț, camele cu tchet și galet etc. Majoritatea acestor tribosisteme funcționează în condiții de ungere cu ulei, altele funcționează fără ungere (roțile de fricțiune, roțile de lanț, camele cu tchet și galet) sau cu ungere periodică.

Tribosistemele cu ungere cu ulei se disting prin uzura de ciupitură (pitting), iar cele fără ungere sau cu ungere insuficientă prin uzura de aderență și deci prin gripare. Uzura de aderență este considerată ca cea mai periculoasă pentru organele de mașini ce funcționează la încărcări mari și viteze mici. Pentru a preveni tîmpina acest ultim gen de distrugere, elementele tribosistemelor se execută din materiale cu capacitate mică la gripare și cu rugozitate cât mai mică, iar tratamentul aplicat trebuie să asigure, pe lângă duritate cât mai ridicată, și o structură lipsită de A_{rez} , care, se știe, dacă există în structură, sub acțiunea temperaturii dezvoltate în procesul de frecare [107] se transformă în martensită, mărindu-se dimensiunile piesei și apărând, astfel, griparea.

Din punct de vedere al tratamentului care să răspundă cerințelor precizate, nitrurarea ionică este cea mai indicată, datorită structurii și proprietăților obținute în straturile superficiale.

Astfel, în fig.4.2 [111] se prezintă influența nitrurării ionice asupra rezistenței la uzare prin rostogolire cu alunecare pe epruvete cilindrice executate din oțelurile X40Cr13, 42CrMo4 și 30CrMoV9, comparativ cu nitrurarea gazoasă. Încercarea s-a realizat pe mașina Amsler, având lubrefierea cu ulei, la o sarcina de încărcare de 40-100 daN, $v_{rot}=1,43$ m/s și un număr de 200000 rotații.

Comportarea cea mai bună (pierderile în greutate cele mai mici) la uzare au avut-o, cum era de așteptat, epruvetele nitrurate ionic, întrucât faza γ' din stratul superficial are duritatea cea mai mare comparativ cu faza ϵ obținută la nitrurarea gazoasă.

Aceeași comportare se observă și din fig.4.3 [112], dar comparativ cu starea îmbunătățită, pentru diferite regimuri de nitrurare ionică, pe epruvete din 42CrMo4.

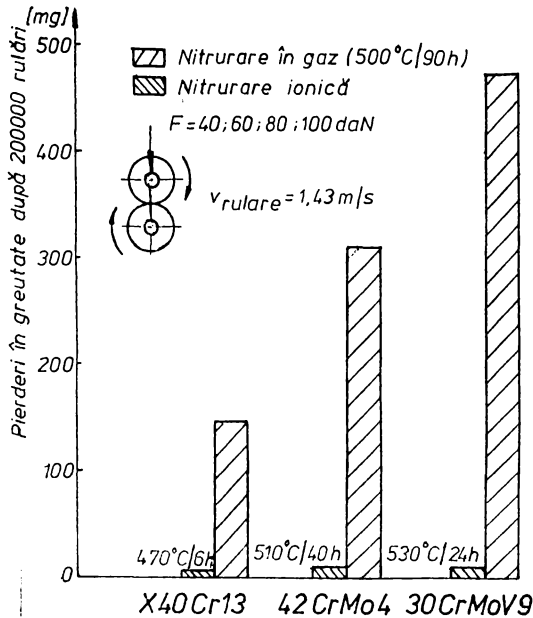


Fig.4.2. Variația rezistenței la uzare prin rostogolire cu alunecare pe probe Amsler, în cele două stări de nitrurare (ionică și gazoasă) [111].

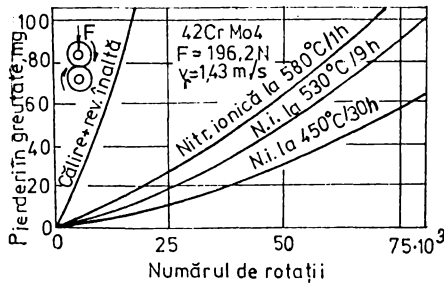


Fig.4.3. Variația greutateii probelor nitrurate ionic la diferite regimuri, supuse la uzarea de rostogolire cu alunecare, comparativ cu starea îmbunătățită, în funcție de numărul de rotații [112].

Rezistența la uzare, în general, crește odată cu creșterea duriității, dar aceasta nu constituie singurul factor de influență, ea depinzând și de natura proceselor de frecare a suprafețelor care vin în contact (calitatea materialelor), de felul ungerei (permanentă sau periodică) ori fără ungere, de mărimea sarcinii și de structura straturilor superficiale.

Cercetările efectuate pe plan mondial, în ceea ce privește influența structurii stratului nitrurat ionic asupra rezistenței la uzare, au arătat că cea mai bună stabilitate la uzare o prezintă stratul nitrurat care are zona de difuzie alcătuită din nitroferită și nitrurile Fe₃N, respectiv Fe₃N sau carbonitrura Fe₃(N,C), acești compuși chimici formându-se la nitrurarea ionică, respectiv la nitrurarea gazoasă (rezistența la uzare a zonei de difuzie poate fi mai mare decât a zonei de combinații, îndeosebi la oțelurile aliate).

4.3. Încercarea la uzare abrazivă

Tribosistemele abrazive cuprind tribosistemele de alunecare abrazive (lăgăre de alunecare, articulații și ghidaje neprotejate etc.), tribosistemele de rostogolire abrazive (transmisii cu roți dințate neprotejate, roți de lanț etc.), tribosistemele hidroabrazive (rotoare de pompe de noroi, turbine hidraulice etc.), tribosistemele gazoabrazive (transportoare pneumatice, palete de ventilator etc.) din industriile metalurgică, minieră și construcții.

Datorită condițiilor în care particula abrazivă este în contact cu suprafața organului de mașină, distrugerea prin uzare abrazivă apare ca o microașchiere sau ca un proces de deformare ciclică și, în final, de oboseală a straturilor superficiale. Rezultatele încercării la uzare abrazivă depind, în primul rând, de duritatea și forma particulelor abrazive folosite.

Cele mai răspândite mașini de încercare la uzare abrazivă sunt mașinile cu disc abraziv, iar dintre acestea se folosește mașina cu disc rotativ cu hârtie de șlefuit, al cărui element de încercat se uzează ca urmare a contactului cu zone noi (în spirală) ale suprafeței abrazive.

Încercarea la uzare pe disc rotativ cu hârtie de șlefuit se efectuează conform STAS 9639-74 [113] și constă în apăsarea succesivă a două epruvete, una din oțelul nitrurat ionic și cealaltă din același oțel în stare îmbunătățită (de ex.), pe discul rotativ în vederea determinării unor anumite caracteristici de uzare abrazivă.

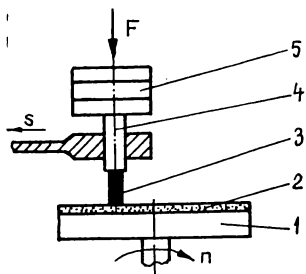


Fig.4.4. Schema de principiu a mașinii de încercare la uzare abrazivă.

Schema de principiu a mașinii de încercare la uzare abrazivă este redată în fig.4.4 și cuprinde următoarele părți principale:

- discul 1, pe care se montează hârtia de șlefuit 2, tip HE 16 STAS 1581-81, discul având diametrul de 300 mm și rotindu-se cu o turație de 25 rot/min;
- dispozitivul 4, în care se așază epruveta 3, asigură forța de apăsare dorită, F , prin greutatea 5, precum și avansul radial $s=0,5$ mm/rot.

Schema cinematică a mașinii de încercare la uzare abrazivă, la a cărei construcție și-a adus contribuție și autorul lucrării, aflată în dotarea laboratorului de tratamente termice, este arătată în fig.4.5 [114], iar o vedere de ansamblu în fig.4.6.

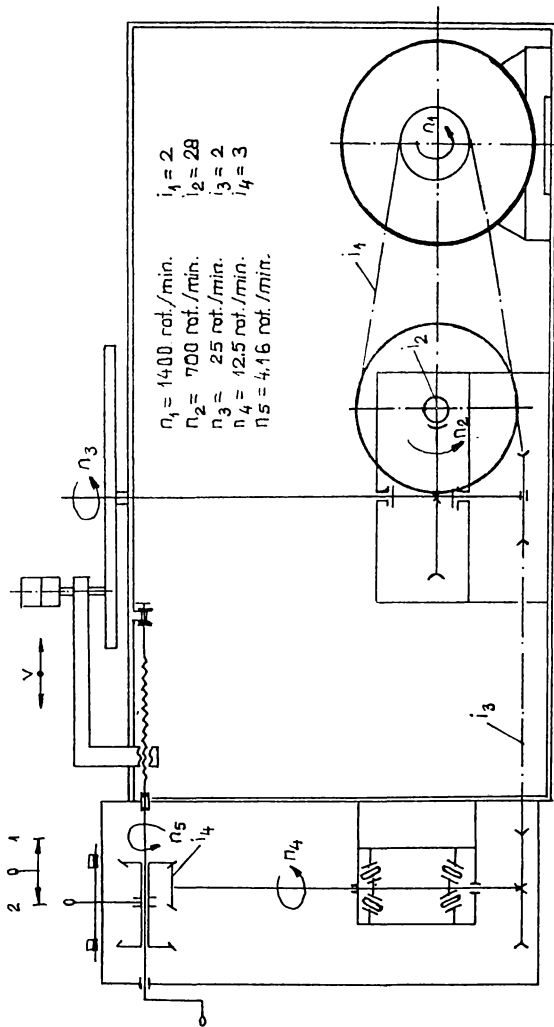


Fig.4.5. Schema cinematică a mașinii de încercare la uzare abrazivă cu disc rotitor [114].

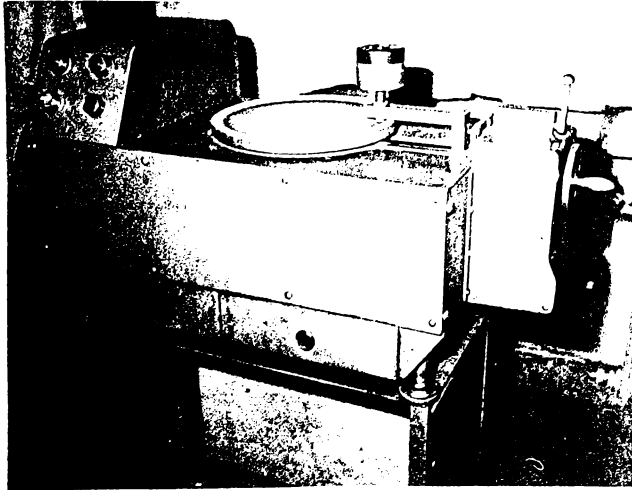


Fig.4.6. Instalația de încercare la uzare abrazivă

Lungimea parcursului de uzare în spirală rezultă din compunerea celor două mișcări (de rotație și de avans) și are valoarea de 70 m, iar presiunea de apăsare a epruvetei pe hârtia abrazivă este de $0,4 \text{ N/mm}^2$.

4.4. Rezultate experimentale. Interpretări

Aprecierea comportării la uzare a oțelurilor în stare nitrurată ionic față de starea îmbunătățită se face prin metoda gravimetrică (pierderi în greutate). În acest sens se determină uzura masică înainte de nitrurare, U_i , și după nitrurare, U_n , uzurile masice de parcurs U_i/L_u , respectiv U_n/L_u , și durabilitatea relativă, u .

Uzura masică în cele două stări (îmbunătățită și nitrurată) se calculează cu relația:

$$U = m_0 - m_u, \quad (4.1)$$

în care:

m_0 este masa epruvetei înainte de încercare, în g;

m_u - masa epruvetei după încercare, g.

Uzura masică de parcurs se determină cu relația:

$$U/L_u = (m_0 - m_u)/L_u, \quad (4.2)$$

unde L_u reprezintă parcursul de uzare, în m.

Durabilitatea relativă la uzare se calculează făcând raportul dintre uzura masică a epruvetei în stare nitrurată, U_n și uzura masică în stare îmbunătățită, U_i :

$$u = U_n/U_i \quad (4.3)$$

Cercetările experimentale pentru determinarea rezistenței la uzare abrazivă s-au efectuat pe epruvete standardizate ($\phi 10 \times 30$ mm), îmbunătățite și nitrurate ionic la diferite regimuri, obținându-se duritățile precizate în tabelul 4.1 [115], epruvetele fiind executate din oțelurile de construcție 20TiMnCr12, 34MoCr11 și 42MoCr11.

Rezultatele determinărilor masice făcute cu o balanță analitică cu precizie de $\pm 0,0001$ g sunt înregistrate în tabelul 4.2 [115] iar în fig.4.7 și fig.4.8 [75] se arată variația uzurii masice cu starea de tratament, ce evidențiază creșterea rezistenței la uzare a pieselor nitrurate ionic față de cele numai îmbunătățite.

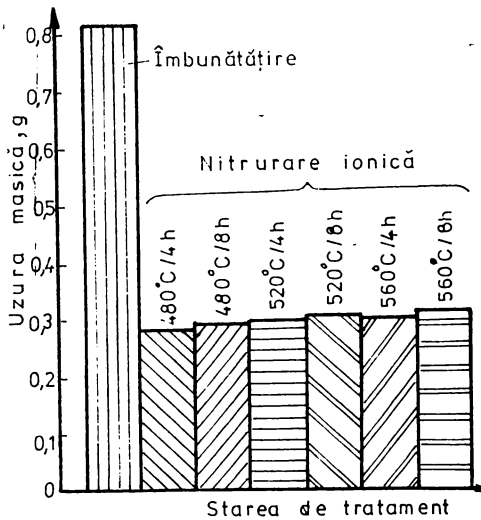


Fig.4.7. Variația uzurii masice cu starea de tratament, la oțelul 20TiMnCr12 [75].

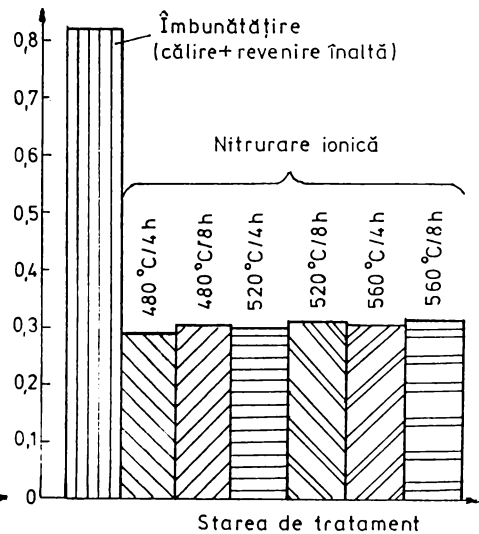


Fig.4.8. Variația uzurii masice cu starea de tratament, la oțelul 42MoCr11 [75].

Tabelul 4.1. Duritățile rezultate după regimurile de nitrurare ionică alese [115].

Oțelul	Regimul de nitrurare ionică		Duritatea HV _{0,2}					
	T, °C	t, h	0,03	0,06	0,09	0,12	0,15	Miez
20TiMnCr12	480	4	863	827	786	774	731	224
		8	747	727	678	675	642	251
	520	4	672	623	578	564	478	278
		8	651	638	584	551	485	275
	560	4	638	578	541	466	369	289
		8	626	581	519	472	388	291
34MoCr11	480	4	721	572	535	475	407	267
		8	672	609	590	434	431	272
	520	4	572	545	532	499	523	278
		8	575	542	523	491	475	275
	560	4	542	488	451	428	403	272
		8	564	501	442	439	392	278
42MoCr11	480	4	775	535	442	378	375	278
		8	721	597	538	448	389	275
	520	4	690	478	431	392	389	275
		8	626	551	482	442	398	281
	560	4	667	532	488	401	381	281
		8	587	526	499	431	381	272

Din analiza datelor prezentate rezultă că nitrurarea ionică determină creșterea rezistenței la uzare abrazivă de până la 2,5 ori, comparativ cu cea obținută pe piese nenitrate. Mărirea temperaturii de nitrurare conduce la o ușoară scădere a rezistenței ca urmare a reducerii durității stratului, iar durata de nitrurare are o influență nesemnificativă. Așadar, odată cu creșterea rezistenței la uzare, se obține o mărire substanțială a duratei de funcționare a diverselor piese din construcția de mașini.

Examinările stereomicroscopice ale suprafețelor de uzare pe probe îmbunătățite și nitrurate ionic evidențiază modificări ale microgeometriei. Astfel, la probele îmbunătățite, datorită eterogenității structurii microscopice, rugozitatea crește pronunțat (fig. 4.9) [115], deci atât adâncimea cât și lățimea rizurilor cresc, creștere explicabilă prin aceea că sorbita de revenire este un constituent cu duritate relativ scăzută, proporția de carburi globulare cu duritate ridicată fiind redusă.

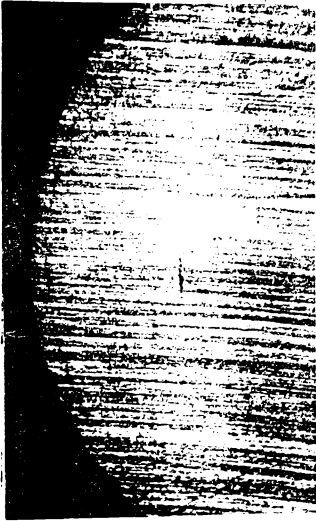


Fig.4.9. Suprafața uzată în stare îmbunătățită a oțelului 42MoCr11 [115].

supuse, în același timp, unor solicitări mecanice mari, la uzare și la variații importante de temperatură (șocuri termice). Acestor solicitări le răspunde în mod corespunzător și oțelul 30VCrW85 nitrurat ionic.

Pentru evidențierea creșterii durabilității acestor scule nitrurate ionic s-au efectuat încercări la solicitarea de uzare abrazivă pe epruvete cilindrice standardizate, care au fost nitrurate ionic la aceleași regimuri (480-560°C și 4-24 h), obținându-se durități cuprinse în intervalul 854-623 HV_{0,2}, corespunzător valorilor de temperatură și durată (duritatea maximă a rezultat la valorile cele mai scăzute) folosite.

La probele nitrurate ionic la diferite temperaturi și durate, stratul superficial este compact, dens și aderent, având duritate ridicată și omogenă, astfel că rizurile apărute sunt mult mai fine (fig.4.10 și fig.4.11) [115].

Uzarea abrazivă constituie, prin urmare, un proces mecanic de degradare a suprafeței pieselor des întâlnit în funcționarea mașinilor și depinde, în principal, de starea suprafeței (structura și proprietățile obținute prin diferite procedee de tratament termic sau termochimic, precum și de calitatea prelucrărilor mecanice):

Sculele pentru prelucrări la cald (matrițe pentru refulare, pentru turnare sub presiune, pentru îndoire etc.) sunt

Tabelul 4.2. Variația uzurii masice și a durabilității relative la uzare [115].

Oțelul	Regimul de nitrurare ionică		Masa în stare îmbunătățită		Uzura masică	Uzura masică de parcurs
	T, °C	t, h	înainte	după uzare	U _i , g	
			m _{0i} , g	m _{1i} , g		U _i /L _{0i} , g/m
20TiMnCr12	480	4	19,436	18,621	0,815	0,01164
		8	19,552	18,732	0,820	0,01171
	520	4	19,217	18,399	0,818	0,01168
		8	19,321	18,502	0,819	0,01170
	560	4	19,248	18,427	0,821	0,01172
		8	19,235	18,418	0,817	0,01167
34MoCr11	480	4	19,547	18,734	0,813	0,01161
		8	19,439	18,624	0,815	0,01164
	520	4	19,501	18,687	0,814	0,01163
		8	19,524	18,708	0,816	0,01165
	560	4	19,378	18,560	0,818	0,01168
		8	19,291	18,471	0,820	0,01171
42MoCr11	480	4	19,437	18,623	0,814	0,01163
		8	19,521	18,704	0,817	0,01167
	520	4	19,278	18,460	0,818	0,01168
		8	19,432	18,611	0,821	0,01172
	560	4	19,335	18,516	0,819	0,01170
		8	19,317	18,501	0,816	0,01166

Tabelul 4.2 (continuare)

Masa în stare nitrurată ionic		Uzura masică	Uzura masică de parcurs	Durabilitatea relativă la uzare, u
înainte	după uzare	U_n , g		
m_{0n} , g	m_{un} , g		U_n/L_n , g/m	
18,621	18,343	0,278	0,00397	0,341
18,732	18,459	0,293	0,00418	0,357
18,399	18,103	0,296	0,00423	0,362
18,502	18,194	0,308	0,00440	0,376
18,427	18,122	0,305	0,00436	0,372
18,418	18,104	0,314	0,00486	0,384
18,734	18,433	0,301	0,00430	0,370
18,624	18,314	0,310	0,00429	0,380
18,687	18,378	0,309	0,00414	0,379
18,708	18,391	0,317	0,00453	0,388
18,560	18,248	0,312	0,00446	0,381
18,471	18,150	0,321	0,00459	0,391
18,623	18,334	0,289	0,00413	0,355
18,704	18,402	0,302	0,00431	0,369
18,460	18,221	0,299	0,00427	0,366
18,611	18,304	0,307	0,00439	0,374
18,516	18,210	0,306	0,00437	0,373
18,501	18,187	0,314	0,00448	0,385

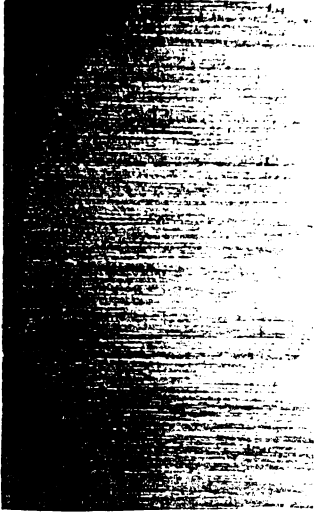


Fig.4.10. Suprafața uzată în stare nitrurată (520°C/8 h) a oțelului 42MoCr11 [115].

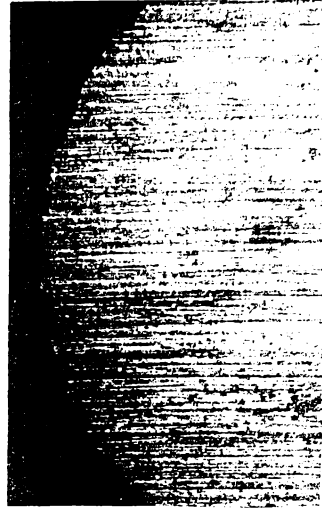


Fig.4.11. Suprafața uzată în stare nitrurată (560°C/8h) a oțelului 42MoCr11 [115].

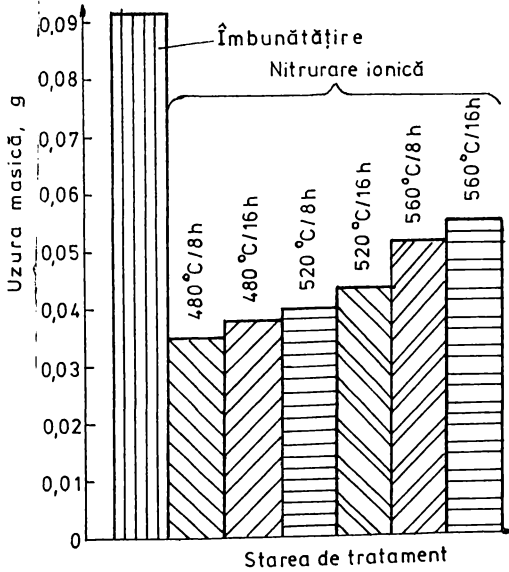


Fig.4.12. Variația uzurii masice în funcție de starea de tratament a oțelului 30VCrW85 [43].

obținute în starea îmbunătățită.

În fig.4.12 [43] este arătată influența nitrurării ionice la diverse regimuri asupra rezistenței la uzare abrazivă, aceasta crescând de 1,5-2,5 ori, comparativ cu cea obținută în starea călită și revenită înalt, datorită nitrurilor. Ridicarea temperaturii de nitruare (de la 480 la 560°C) conduce la o ușoară scădere a rezistenței la uzare, lucru ce se explică prin reducerea dunității stratului superficial nitrurat.

În concluzie, rezistența la uzare, indiferent de natura oțelului supus nitrurării ionice, este mult superioară celei

Cap.5. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA ȘOC

5.1. Considerații generale

Creșterea vitezelor de lucru ale diverselor mașini și agregate în scopul măririi productivității, precum și realizarea unor construcții mecanice speciale impun obligatoriu luarea în considerare a șocurilor cel puțin ca sarcini accidentale, dacă nu ca sarcini de serviciu. În plus, uzarea elementelor de îmbinare din componența unor subansambluri de produse industriale determină apariția unor jocuri, care, în condițiile lucrului cu viteze mari, generează șocuri repetate ce se transmit în întreaga structură a acestora. Evaluarea durabilității, în particular, și, în general, a fiabilității produselor la acțiunea șocurilor repetate constituie o problemă modernă, de mare actualitate, ridicată de producție.

Solicitările prin șocuri repetate pot să apară ca sarcini de serviciu (la roți dințate, roți de lanț, lanțuri, ciocane pneumatice etc.) sau ca sarcini adiționale (la subansambluri rezultate prin strângere, la care au apărut jocuri datorită uzării, la osii de vagoane etc.). Valoarea acestor sarcini este cea care determină, în principal, comportarea în exploatare a respectivelor elemente de rezistență la acțiunea șocurilor repetate. Progresele realizate în domeniul tensometriei și al aparatului de măsură și înregistrare au permis determinarea cu suficientă precizie a solicitărilor care apar în numeroasele subansambluri supuse la șocuri repetate.

În cadrul acestui capitol, cercetările au fost îndreptate spre încercări la încovoiere printr-un singur șoc și prin șocuri repetate cu impact indirect, acestea din urmă vizând degradarea progresivă în volum, ca urmare a propagării undelor de șoc din zona de contact în elementul de rezistență considerat, și sub acțiunea corosivă a unor medii; se analizează influența nitrurării ionice asupra durabilității elementului respectiv la șocuri repetate pe baza energiei de rupere, comparativ cu starea nenitrurată, fără însă să se întreprindă studii profunde asupra inițierii și propagării microfisurilor până la ruperea finală a epruvetelor folosite.

5.2. Cercetări privind încercările la încovoiere printr-un singur șoc, prin șocuri repetate și sub acțiunea corosivă a unor medii pe epruvete cu crestătură (tip Charpy)

Aprecierea comportării tenace sau fragile a unui material se face, în principal, prin energia consumată pentru ruperea printr-o singură lovitură a epruvetei standard de către o masă în cădere liberă sau prin raportarea acestei energii la aria secțiunii transversale a epruvetei în dreptul axei crestăturii (reziliența) și prin aspectul microscopic al secțiunii de rupere, respectiv prin cristalinitatea (raportul dintre aria rupturii cristaline și aria secțiunii epruvetei) și fibrozitatea (raportul dintre aria rupturii fibroase și aria secțiunii epruvetei) materialului. Deși această încercare a fost și este încă, de mulți autori, considerată ca o încercare tehnologică prin care nu se obțin, în general, caracteristici importante de material, ea continuă să fie aplicată, fiind cea mai simplă încercare la șoc.

Cercetările întreprinse au vizat comportarea la un singur șoc și la șocuri repetate a oțelului 40Cr10 nitrurat ionic față de starea antenitrurare (recoaptă, normalizată și îmbunătățită) și sub acțiunea unor medii corosive (apă de conductă și soluție apoasă cu 10% sare), precum și corelarea energiei de rupere la un singur șoc cu numărul de șocuri repetate în stare nitrurată și corodată.

Încercările la încovoiere printr-un singur șoc și prin șocuri repetate la temperatura ambiantă s-au efectuat pe epruvete cu crestătură în U, ale căror dimensiuni și formă, precum și principiul încercării printr-un singur șoc sunt redate în fig.5.1, conform STAS 1400-75 [116] și ISO. Crestătura în U s-a executat prin frezare și rectificare, secțiunea transversală (de rupere) fiind măsurată pe fiecare epruvetă, în parte, pentru determinarea exactă a rezilienței.

5.2.1. Încercarea la încovoiere printr-un singur șoc la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic

Epruvetele destinate încercărilor au fost prelevate din bare laminate din oțelul 40Cr10. Din totalul celor 30 de epruvete, 10

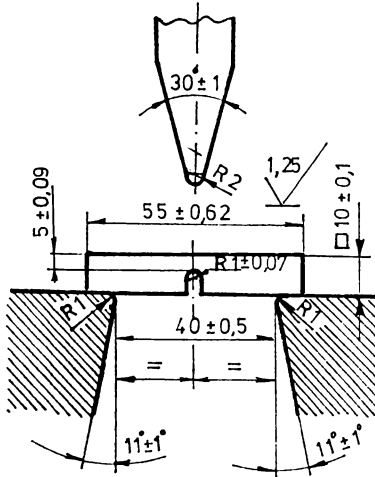


Fig.5.1. Forma și dimensiunile epruvetelor și principiul încercării la încovoiere printr-un singur șoc [116].

Caracteristicile mecanice obținute (energia de rupere și reziliența) sunt indicate în același tabel 5.1, în care s-au înregistrat și valorile microdurității și grosimii stratului nitrurat, rețuate din tabelul 3.23 (§ 3.7), pentru a observa mai bine influența nitrurării ionice asupra caracteristicilor analizate, iar în figurile 5.2, 5.3 și 5.4 variația energiei de rupere în funcție de starea antenitrurare (recoaptă, fig.5.2, normalizată, fig.5.3 și îmbunătățită, fig.5.4) și de regimurile de nitrurare ionică considerate. În fig.5.5 este redată sugestiv, sub forma unei histograme, aceeași variație a energiei de rupere a epruvetelor în stările nenitrurate și pentru regimul de nitrurare ionică de 520°C/12h, aplicat corespunzător fiecărei stări antenitrurare, regim de nitrurare la care se obțin caracteristici mecanice (tenacitate - v.cap.3, duritate, respectiv rezistență la uzare - v.cap.4, rezistență la oboseală - v.cap.6) ale stratului nitrurat satisfăcătoare, în același timp, în exploatare.

au fost supuse tratamentului de recoacere (700°C/1h/cuptor), 10 tratamentului de normalizare (860°C/20min/aer), iar restul de 10 tratamentului de îmbunătățire (călire de la 860°C/20min/ulei și revenire înaltă la 600°C/1h/ulei, acesta fiind regimul cu starea de tensiuni cea mai redusă). După efectuarea acestor tratamente, epruvetele au fost rec-

Tabelul 5.1. Valorile caracteristicilor mecanice (energia de rupere și reziliența) în stările antenitrurare și nitrurată ionic

Trata- mentul ante- nitru- rare	W_{da} (KV) [J]	$KCU_{a,}$ J/cm ²	Nitrurare ionică		$HV_{0,2}$ max.	d , mm	W_{dn} (KV) [J]	$KCU_{n,}$ J/cm ²	$\frac{W_{da}}{W_{dn}}$
			T, °C	τ , h					
Recoa- cere	5,7	11,6	480	8	773	0,22	3,1	6,27	1,84
				12	753	0,25	2,7	5,51	2,11
				16	726	0,29	2,2	4,43	2,59
			520	8	677	0,25	2,4	4,87	2,38
				12	649	0,27	2,2	4,42	2,59
				16	613	0,32	2,1	4,21	2,71
			560	8	657	0,28	2,3	4,56	2,48
				12	624	0,33	2,1	4,22	2,71
				16	578	0,37	1,8	3,63	3,17
Norma- lizare	12,3	24,4	480	8	918	0,18	8,0	16,12	1,54
				12	866	0,22	7,4	14,71	1,66
				16	726	0,26	4,2	8,55	2,93
			520	8	795	0,21	7,6	15,33	1,62
				12	773	0,24	6,1	12,27	2,02
				16	695	0,27	3,7	7,51	3,32
			560	8	670	0,25	10,0	20,24	1,23
				12	632	0,27	9,9	19,82	1,24
				16	620	0,30	5,7	11,54	2,16
îmbună- tățire	13,8	27,6	480	8	788	0,19	10,1	20,24	1,37
				12	773	0,23	7,7	15,37	1,79
				16	746	0,26	6,3	12,73	2,19
			520	8	726	0,22	9,9	19,84	1,39
				12	713	0,25	7,4	14,91	1,86
				16	677	0,28	5,6	11,42	2,46
			560	8	649	0,24	10,9	21,71	1,27
				12	616	0,27	9,9	19,64	1,39
				16	605	0,31	6,0	12,12	2,30

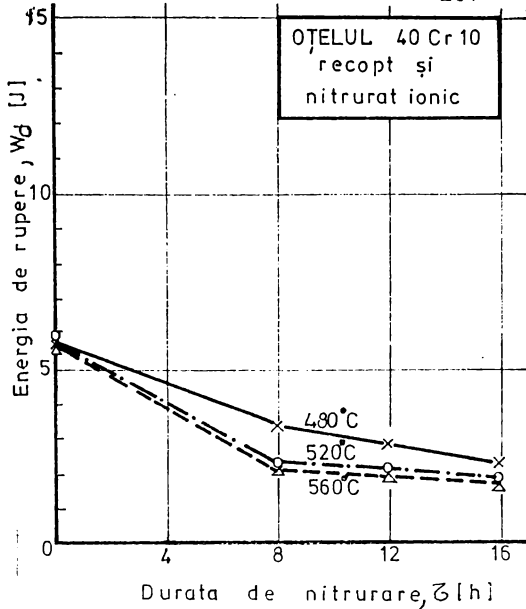


Fig. 5.2. Variația energiei de rupere în stările recoaptă și nitrurată ionic.

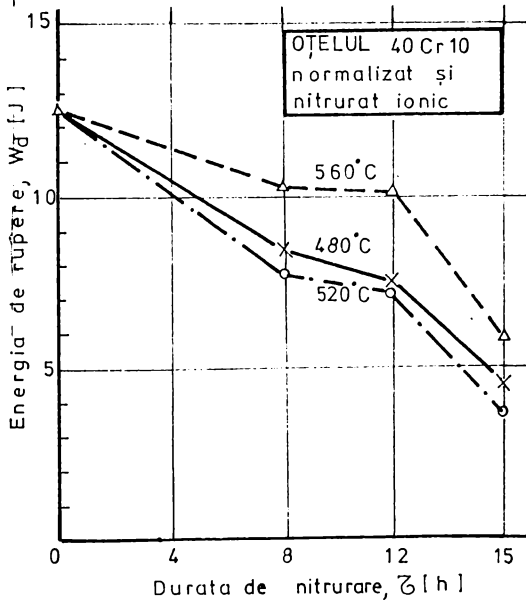


Fig. 5.3. Variația energiei de rupere în stările normalizată și nitrurată ionic.

Analizând datele prezentate, se rețin următoarele aspecte:

- energia de rupere și reziliența în starea recoaptă față de cele obținute în stările normalizată și îmbunătățită au valori mult mai mici datorită structurii poliedrice de ferită și perlită, care are duritatea (rezistența mecanică) cea mai mică, comparativ cu cea a structurilor de normalizare (perlită lamelară fină și puțină ferită) și de îmbunătățire (amestec ferito-cementitic fin dispersat-sorbită de revenire), v. § 3.7;
- toate regimurile de nitrurare ionică aplicate conduc la diminuarea energiei de rupere a epruvetelor la un șoc singular, comparativ cu stările antenitrurare (de 1,8-3,2 ori față de starea recoaptă, de 1,2-3,3 ori față de starea normalizată și de 1,2-2,5 ori față de starea îmbunătățită), datorită prezenței stratului nitrurat atât la baza creștăturii (foarte subțire) cât și în supra-

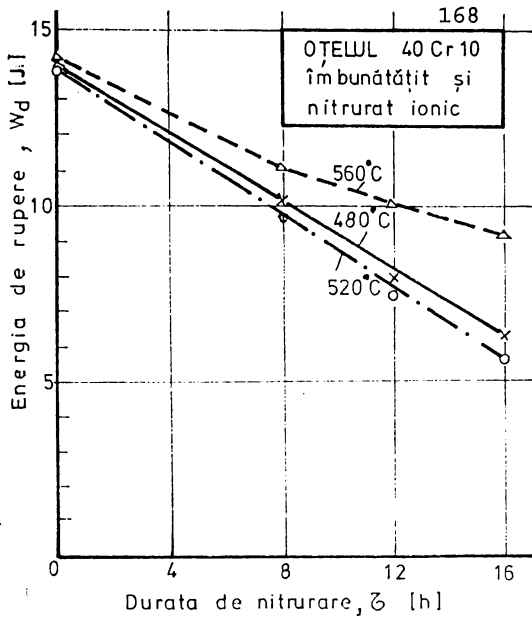


Fig.5.4. Variația energiei de rupere în stările îmbunătățită și nitrurată ionic

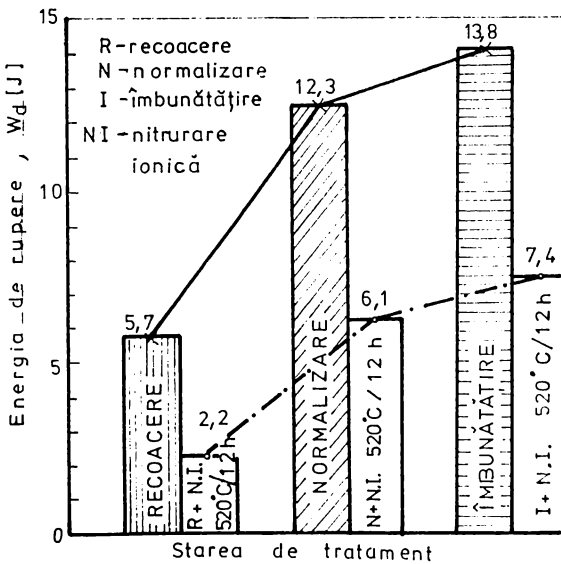


Fig.5.5. Histograma variației energiei de rupere în stările antenitrurare și nitrurare ionică la 520°C/12h.

fața opusă acesteia, care, fiind mai dur, face ca microfisura apărută la baza creștăturii să se propage cu repeziune prin strat și prin masa epruvetei până la celălalt strat, din zona de impact, în funcție de caracteristicile (duritate și grosime) cărui rupea producându-se mai devreme sau mai târziu; - se observă că, la epruvetele recoapte și nitrurate ionic, energia de rupere și reziliența scad progresiv cu creșterea

temperaturii și duratei de nitrurare, deci cu scăderea durității și creșterea grosimii stratului nitrurat, această lege de variație fiind valabilă și în celelalte două situații, însă pentru temperatura de 560°C cele două caracteristici au valori mai ridicate față de 480 și 520°C, probabil datorită structurilor de normalizare și de îmbunătățire mai convenabile (mai omogene și mai fine).

Examinările stereomicroscopice au evidențiat existența în secțiunea de rupere, pentru toate stările de tratament, a două zone distincte: o zonă centrală (lucioasă) cu aspect cristalin (grăunțos), datorat ruperii fragile (același aspect se observă și în stratul nitrurat) și alta mată (fibroasă), ca urmare a unei ruperi tenace, precedată de deformare plastică (fig.5.6...5.11), aspecte ce definesc cristalinitatea și fibrozitatea materialului epruvetelor (în poze, părțile rupte sunt alipite cu suprafețele nitrurate

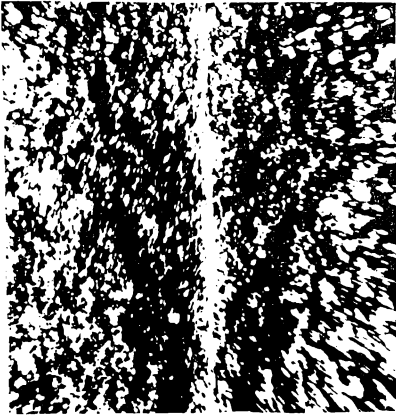


Fig.5.6. Aspectul ruperii în stare recoaptă.



Fig.5.7. Aspectul ruperii în stare normalizată.



Fig.5.8. Aspectul ruperii în stare îmbunătățită.

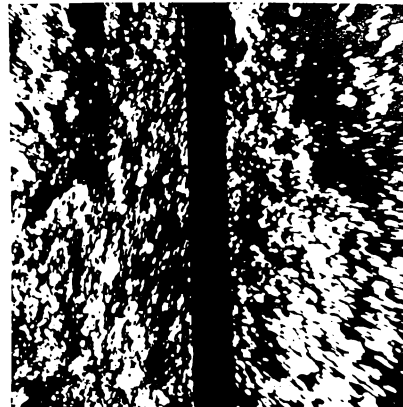


Fig.5.9. Aspectul ruperii în stare recoaptă și nitrurată ionic la 480°C/12h.

sau nenitrurate, respectiv cu suprafețele opuse creștăturii).

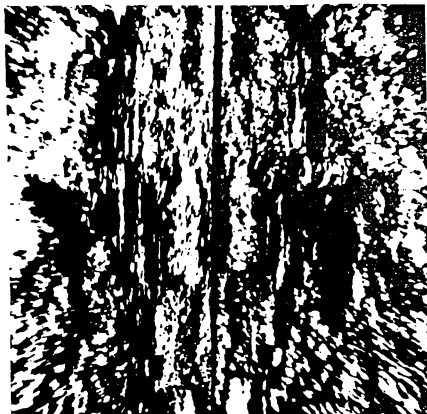


Fig.5.10. Aspectul rupturii în stare normalizată și nitrurată ionic la 520°C/12h.



Fig.5.11. Aspectul rupturii în stare îmbunătățită și nitrurată ionic la 560°C/16h.

Din tab.5.1 se reține, de asemenea, că raportul dintre energia de rupere în stare antenitrurare (W_{da}) și energia de rupere în stare nitrurată (W_{dn}) este supraunitar, valorile cele mai scăzute ale acestuia obținându-se după nitrurarea ionică la 560°C/8 și 12h pe epruvetele inițial normalizate și îmbunătățite, respectiv diferențele de energii între stările analizate sunt cele mai mici.

5.2.2. Încercarea la încovoiere prin șocuri repetate la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic

Încercările la șocuri repetate pe epruvete prismatice cu creștătură în U au fost efectuate pe instalația de șoc de tip Amsler, existentă în laboratorul de Rezistența materialelor de la Facultatea de Mecanică a Universității "POLITEHNICA" din Timișoara. Schema cinematică a acestei instalații este redată în fig.5.12 [117], iar o vedere generală a instalației în fig.5.13.

Instalația este prevăzută cu patru posturi. Pentru încercările experimentale urmărite s-a folosit doar postul nr.IV (fig.5.14).

Arborele principal 4 este antrenat în mișcarea de rotație de motorul electric 1 prin intermediul angrenajului format din pinionul 2 și coroana dințată 3. Pe arbore este dispusă cama 5, care ri-

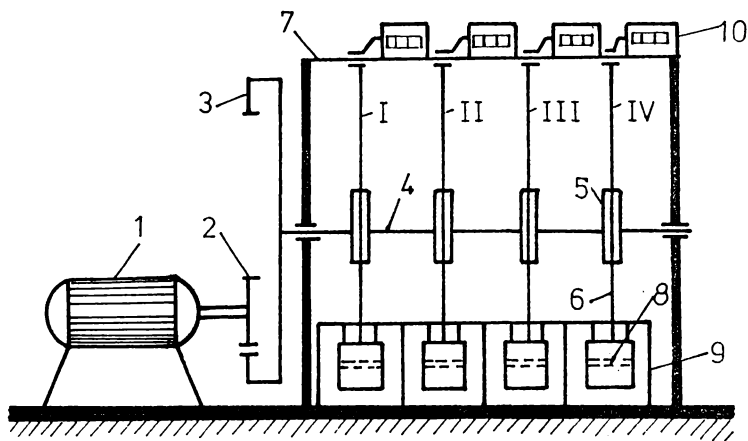


Fig.5.12. Schema cinematică a mașinii de șocuri Amsler [117].

dică ciocanul-pendul 6, montat pe arbore, până la o anumită înălțime. Acesta, oscilând în jurul axului 7, își pierde la un moment dat contactul cu cama și cade liber, realizându-se astfel impactul pe epruveta 8 montată în bacul 9. Contorul de rotații 10 înregistrează numărul de lovituri până la ruperea epruvetei, când un dispozitiv decuplează automat mișcarea ciocanului.

Caracteristicile geometrice și mecanice ale ciocanului-pendul extrase din lucrarea [117] sunt următoarele:

- masa ciocanului-pendul, $m_1=1,85$ kg;
- masa pendulului redusă în centrul de percuție, $m_1'=1,43$ kg;
- momentul de inerție masiv față de axa de rotație, $J_0=1,92$ kgf.s².cm;
- distanța de la axa de rotație la centrul de greutate al pendulului, $l_c=28,7$ cm;
- poziția centrului de percuție, $l_p=35,5$ cm;
- viteza unghiulară, $\omega=2,75$ rad/s;
- viteza pendulului în momentul impactului, $v_0=0,98$ m/s;
- energia potențială a pendulului în poziția inițială sau energia unui șoc, $W_0=0,71$ J, calculată pentru unghiul de înclinare extrem $\alpha=30^\circ$ C, determinat de profilul camei;
- energia potențială corectată, $W_0'=0,60$ J.

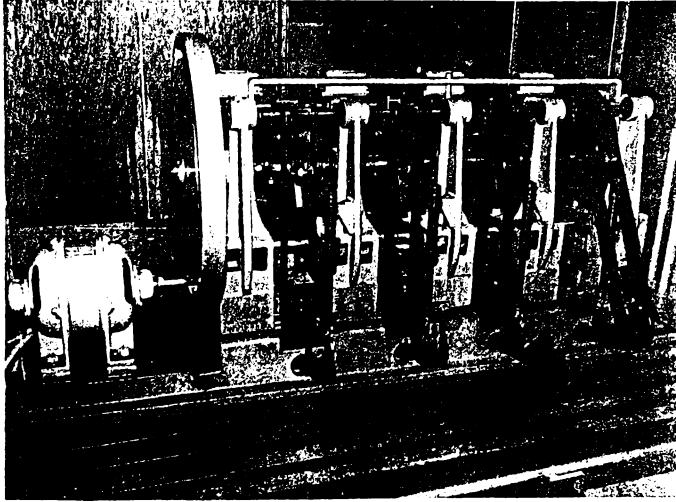


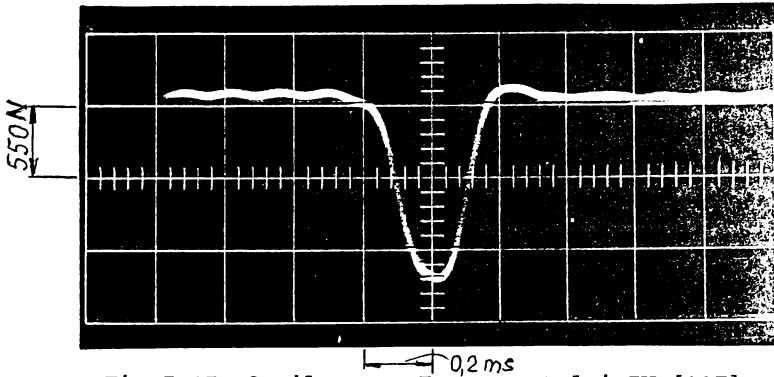
Fig. 5.13. Vedere generală a instalației pentru încercarea la încovoiere prin șocuri repetate.



Fig. 5.14. Vedere a postului nr. IV.

Autorul lucrării [117], în programul de etalonare a postului IV, a mai stabilit și mărimile: forțele de șoc și accelerațiile ciocanului-pendul, prin înregistrarea oscilogramelor aferente la aplicarea unui șoc, în funcție de care s-au recalculat vitezele ciocanului în momentul impactului și după șoc, precum și deformațiile specifice ale epruvetelor.

Oscilograma F-7 din fig. 5.15, înregistrată la aplicarea unui șoc, a permis determinarea forței maxime a șocului și duratei acestuia.

Fig.5.15. Oscilograma P- τ a postului IV [117].

5.2.2.1. Rezultate experimentale și analiza lor

Din cele 10 epruvete din fiecare stare antenitrurare, 9 au fost supuse nitrurării ionice la regimurile prezentate în tab.5.1, în care sunt redată și caracteristicile de strat obținute, precum și comportarea straturilor la încovoiere printr-un singur șoc. În continuare, toate cele 30 epruvete au fost încercate la șocuri repetate până la rupere, numărul acestora fiind indicat în tab.5.2.

Tabelul 5.2. Numărul de șocuri repetate până la rupere

Starea (anteni- trurare	Regimuri de nitrurare ionică		Numărul de șocuri repetate în stare			
	T, °C	τ , h	anteni- trurare	R.+ N.I.	N.+ N.I.	Î.+ N.I.
R (N, Î)	480	8	R (6250)	2070	7450	11110
		12		1840	4230	10580
		16		1610	2670	8600
	520	8	N (10070)	3220	7500	10260
		12		2070	7160	8370
		16		1470	2390	7150
	560	8	Î (11520)	2870	9980	10780
		12		2160	9610	9340
		16		1700	2250	8520

Obs.: R-recoacere; N-normalizare; Î-îmbunătățire; N.I.-nitrurare ionică.

Datele tabelate privind comportarea oțelului 40Cr10 nitrurat ionic la acțiunea șocurilor repetate duc la următoarele concluzii:

- numărul de șocuri repetate obținut în toate cele trei stări antenitrurare (recoacere, normalizare, îmbunătățire) este mai mare decât cel rezultat în stare nitrurată ionic (de 1,9-4,2 ori, la epruvetele recoapte, de 1,1-4,5 ori, la epruvetele normalizate, și de 1,1-1,6 ori, la epruvetele îmbunătățite), datorită structurilor mai uniforme pe întreaga secțiune a epruvetelor față de eterogenitatea epruvetelor nitrurate ionic (strat alb, de difuzie și miez cu grosimi și durități variabile pe secțiune);

- cel mai mare număr de șocuri repetate s-a obținut în starea îmbunătățită (11520 față de 6250, la recoaptă), deci la o structură sorbitică fină față de cea ferito-perlitică poliedrică (v. § 3.7);

- numărul de șocuri în toate stările antenitrurare și nitrurate ionic scade cu creșterea, în principal, a duratei de nitrurare, respectiv cu creșterea grosimii de strat (de combinație și de difuzie) sau datorită prezenței în această zonă, alături de γ' , și a nitrurii ϵ (mai puțin tenace); spre exemplu, la temperatura de 560°C, de la 2870 șocuri la o menținere de 8h, la 1700 șocuri la 16h, în starea inițial recoaptă, de la 9980 la 8h, la 2250 la 16h, în starea inițial normalizată și de la 10780 la 8h, la 8520 șocuri la 16h, în starea antenitrurare îmbunătățită; de asemenea, pentru regimurile de nitrurare folosite, numărul de șocuri repetate crește de la starea recoaptă, la cea normalizată și mai ales îmbunătățită;

- examinările stereomicroscopice (fig.5.16 și fig.5.17) arată în zona de rupere pașii de propagare succesivă a ruperii în urma acțiunii șocurilor repetate, atât în stările antenitrurare cât și în starea nitrurată ionic, precum și aspecte legate de cristalinitatea și fibrozitatea materialului;

- investigațiile microfractografice realizate cu sonda electronică pun în evidență și caracterul ruperii la șocuri repetate (în fig.5.18, rupere fragilă la baza creștăturii epruvetei recoapte și nitrurate ionic la 520°C/16h, în fig.5.19, rupere fragilă cu ușoare decoeziuni intergranulare la marginea creștăturii epruvetei normalizate și nitrurate ionic la 560°C/8h, iar în fig.5.20, aspectul evident al unei ruperi ductile a epruvetei îmbunătățite și nitrurate ionic la 480°C/16h, la baza creștăturii).



Fig.5.16. Aspectul rupturii în starea îmbunătățită și supusă șocurilor repetate.



Fig.5.17. Aspectul rupturii în starea îmbunătățită, nitrurată ionic la 480°C/12h și solicitată la șocuri repetate.

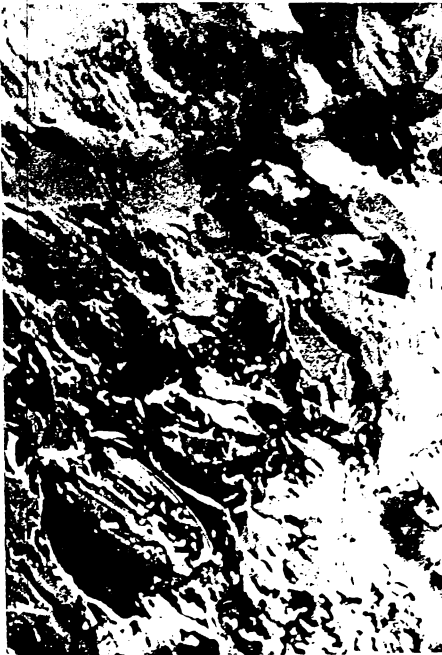


Fig.5.18. Rupere fragilă la epruveta recoaptă și nitrurată ionic la 520°C/16h.

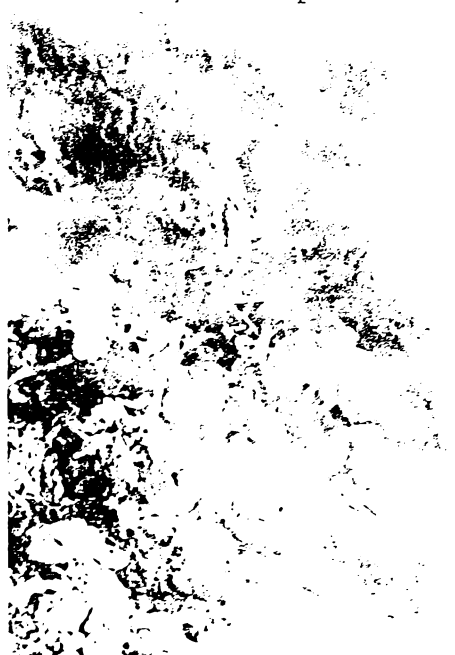


Fig.5.19. Rupere fragil-ductilă la epruveta normalizată și nitrurată ionic la 560°C/8h.



Fig.5.20. Rupere ductilă la epruveta îmbunătățită și nitrurată ionic la 480°C/16h. 600x.

5.2.3. Încercarea la încovoiere prin șocuri repetate la temperatura ambiantă pe epruvete nitrurate ionic și corodate. Rezultate și interpretarea lor

Această încercare s-a efectuat pe două loturi de câte 30 epruvete pe aceeași instalație, după ce, în prealabil, 27 de epruvete din fiecare lot au fost nitrurate ionic la regimurile analizate și, apoi, primul lot a fost supus corodării în apă potabilă (apă de conductă), în timp ce al doilea lot a fost corodat în soluție apoasă (apă + 10% sare).

Rezultatele experimentale obținute în ceea ce privește numărul de șocuri repetate până la ruperea epruvetelor încercate, în stările nenitrate și nitrurate ionic, alături de valorile rezistenței la coroziune în cele două medii corosive considerate, reuate din tabelele 3.7 și 3.8, sunt înregistrate în tabelul 5.3.

Analizând datele din tabel, se pot formula următoarele:

- numărul de șocuri repetate (succesive) până la rupere crește de la starea recoaptă la cea îmbunătățită, datorită diferențelor de structură și proprietăți, și este mai mare după coroziunea în soluție, în toate cele trei stări antenitrurare;

- numărul de șocuri după nitrurare și corodare în apă a epruvetelor inițial recoapte scade față de starea nenitrurată și cu mărirea duratei de nitrurare (de la 4320 la 1400, respectiv de la 1690 la 1400 șocuri, de la 8h la 16h, la temperatura de 560°C), dar crește după corodarea în soluție (de până la cca 2 ori, 10470/5030);

Tabelul 5.3. Numărul de șocuri repetate pe epruvete nitrurate ionic și corodate

Starea anter-nitr.	Regimuri de nitrurare ionică		Rezistența la coroziune, Δm, în g, după 200 ore corodare		Numărul de șocuri repetate în stările				
	T, °C	τ, h	în apă	în soluție	A.+C _a	NI+C _a	A.+C _a	NI+C _a	
R	480	8	0,0189	0,0510	4320	2460	5030	8050	
		12	0,0183	0,0475				4570	
		16	0,0179	0,0467				3210	
	520	8	0,0173	0,0459		3100		10470	
		12	0,0152	0,0440				2980	8010
		16	0,0137	0,0405				1500	4920
	560	8	0,0132	0,0436		1690		7290	
		12	0,0118	0,0425				1560	5390
		16	0,0117	0,0398				1400	3400
N	480	8	0,0190	0,0506	6440	6230	7060	9700	
		12	0,0174	0,0452				5470	9130
		16	0,0171	0,0440				5060	7570
	520	8	0,0168	0,0479		7210		8950	
		12	0,0136	0,0459				4910	8080
		16	0,0132	0,0417				4220	4230
	560	8	0,0128	0,0444		6850		7750	
		12	0,0121	0,0390				5780	5720
		16	0,0119	0,0351				3030	4670
î	480	8	0,0187	0,0479	8870	8800	9800	12960	
		12	0,0178	0,0467				8140	10760
		16	0,0166	0,0421				3180	5990
	520	8	0,0158	0,0475		7120		8590	
		12	0,0151	0,0440				6270	6270
		16	0,0132	0,0413				4160	5160
	560	8	0,0129	0,0455		6410		8560	
		12	0,0125	0,0398				3700	6300
		16	0,0121	0,0390				3460	5250

Obs.: R-recoacere, N-normalizare; î-îmbunătățire; NI-nitrurare ionică; A.-stare antenitrurare; C_a-coroziune în apă; C_s-coroziune în soluție (apă + 10% sare).

- și în celelalte două situații, numărul de șocuri repetate scade cu mărirea duratei de menținere la cele trei temperaturi de nitrurare analizate, pentru ambele medii corosive, datorită păstrării la baza creștăturii (zona inițierii fisurii) a stratului numai de difuzie (strat de combinație nu s-a format la niciun regim de nitrurare) la o valoare mult diminuată (de ordinul zecilor de micrometri, 60...90), îndeosebi, la durata de 16 h, și a încă unei grosimi relativ mare, în urma corodării timp de 200 h, a celor două zone constitutive (strat alb de max. 8 μm , strat de difuzie, 0,15-0,25 mm) ale stratului nitrurat în zona de impact, conform schemei din fig.5.21, rezultând, așadar, un număr minim de șocuri repetate până la rupere;

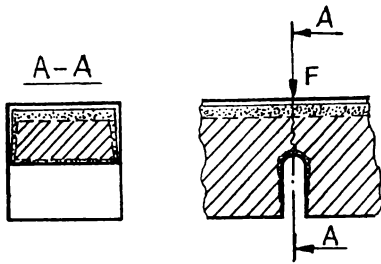


Fig.5.21. Schema repartiției stratului nitrurat ionic în suprafața de impact cu pendulul și la baza creștăturii.

- între rezistența la coroziune și numărul de șocuri repetate există, prin urmare, o strânsă dependență: scăzând rezistența la coroziune (diferența de masă înainte și după corodare crește) se obține numărul maxim al șocurilor repetate, el fiind mai mare după corodarea în soluție, care are acțiune corosivă maximă (aspect susținut și de imaginea din fig.5.22, în care zona albă reprezintă suprafața laterală a e-

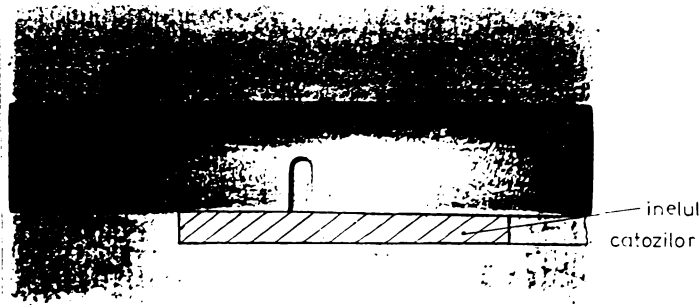


Fig.5.22. Epruvetă nitrurată și corodată în soluție.

pruvetei după îndepărtarea - exfolierea, prin corodare, a stratului

nitruat ionic din preajma crestăturii, unde acesta este neuniform, epruveta fiind aşezată direct pe discul catodilor instalaţiei de niturare, aşezare ce are inconvenientul modificării mobilităţii şi difuziei uniforme a atomilor de azot pe toate suprafeţele - v. § 3.9 aspect însă ce nu afectează rezultatele încercărilor la şocuri repetate, ruperea producându-se în dreptul crestăturii), pentru toate stările antenitrurare şi nitrurate ionic, îndeosebi, la 480°C/8 şi 12h (de ex., 12960 şocuri faţă de 8800 şocuri, în starea antenitrurare îmbunătăţită, nitrurată şi corodată în apă);

- microstructura din fig.5.24 evidenţiază coroziunea intergranulară (intercristalină) care se manifestă în miezul epruvetei, ea pornind de la baza crestăturii (fig.5.23) şi înaintând spre stratul nitrurat ionic din zona de impact cu pendulul, fără însă ca acesta să fie afectat, coroziune marcată prin înnegrirea unor limite de grăunţi (v.şi fig.3.58c);

- datele prezentate în tabelele 5.2 şi 5.3 referitor la numărul de şocuri până la rupere în situaţiile respective se corelează bine între ele, precum şi cu valoarea energiei de rupere la încovoiere printr-un singur şoc (tab.5.1), aşa cum reiese şi din fig.5.26

- investigarea microfractografică a zonelor rupte prin şocuri repetate reliefează prezenţa striatiunilor paralele, mai mult sau mai puţin rectilinii, ce atestă caracterul progresiv al fisurii până la ruperea finală, de regulă, fragilă (în fig.5.25 se observă primii doi paşi, de la stânga la dreapta, la baza crestăturii, şi, de asemenea, zone de coroziune intercristalină, de decoeziune);

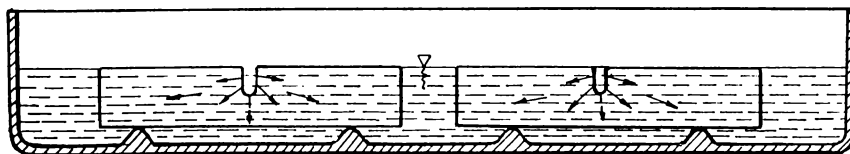


Fig.5.23. Schema corodării epruvetelor.

- examinările stereomicroscopice (fig.1-18, ANEXA II) indică pașii de propagare succesivă a fisurii și zone de coroziune.



Fig.5.24. Epruvetă normalizată, nitrurată ionic la $520^{\circ}\text{C}/8\text{h}$, corodată în soluție și ruptă prin șocuri repetate. 500x.

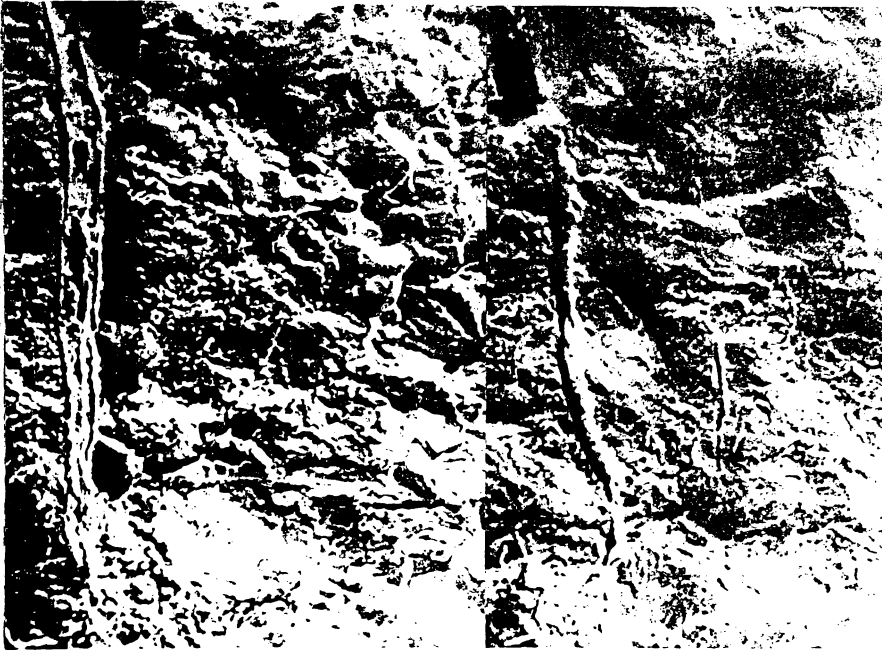


Fig.5.25. Rupere fragilă la epruveta normalizată, nitrurată ionic la $560^{\circ}\text{C}/12\text{h}$ și corodată în apă, în urma șocurilor repetate.

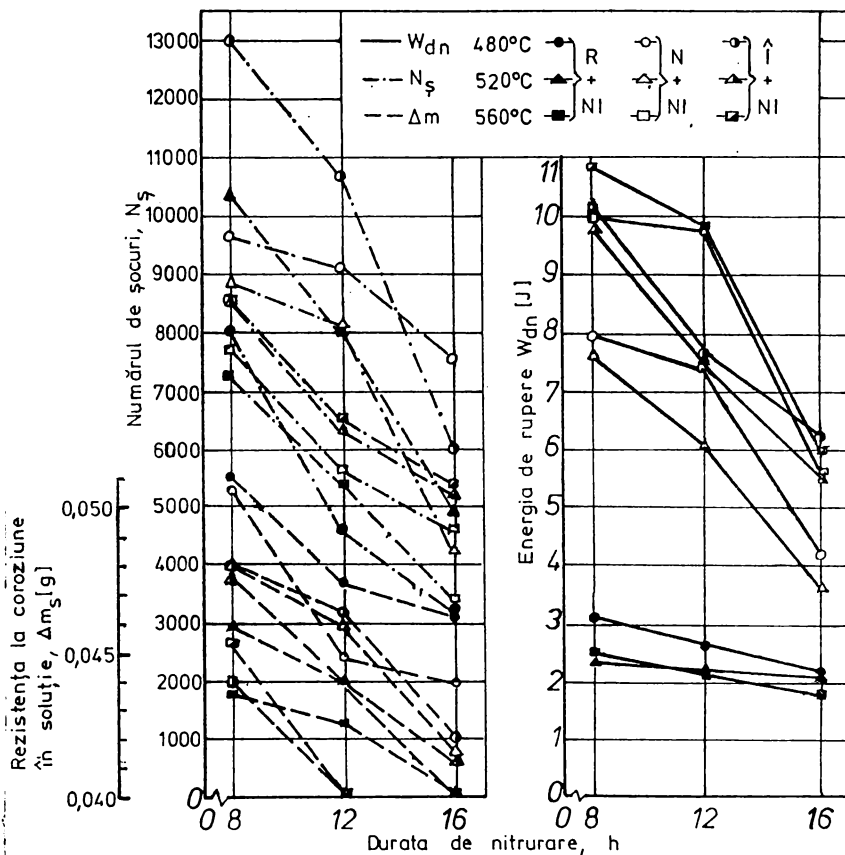


Fig.5.26. Corelația dintre energia de rupere la un singur șoc, numărul de șocuri repetate după nitrurare ionică și corodare în soluție și rezistența la coroziune ale oțelului 40Cr10.

În consecință, la proiectarea constructivă și tehnologică a unor elemente de rezistență (roți dințate, roți de lanț etc.) trebuie avută în vedere, pe lângă celelalte solicitări, și valoarea șocurilor, în general, cercetările efectuate în acest capitol fiind în premieră națională, literatura de specialitate străină, în domeniu, consultată nu prezintă asemenea cercetări, iar rezultatele obținute conțin informații utile pentru optimizarea parametrilor termotemporalii ai nitrurării ionice.

Cap.6. CERCETĂRI ASUPRA REZISTENȚEI LA OBOSEALĂ PRIN ÎNCOVOIERE ROTATIVĂ

6.1. Noțiuni introductive

Cercetarea fenomenului de oboseală a devenit tot mai importantă odată cu dezvoltarea tehnologiilor moderne, cu necesitatea realizării unor echipamente și agregate de mare răspundere, specifice unor industrii de vârf (aeronautică și aerospațială, nucleară, de automobile, energetică, petrochimică etc.).

Majoritatea pieselor ce compun diversele construcții tehnice sunt supuse la solicitări variabile, care fac ca materialele acestora să cedeze, rupându-se la o tensiune mai mică decât cea necesară pentru ruperea în condiții statice [118]. Apare, astfel, ruperea prin oboseală (progresivă), condiționată de acțiunea simultană a trei factori: tensiuni de întindere, deformații plastice, solicitări variabile (dacă unul lipsește, oboseala este absentă) [119].

Solicitările variabile întâlnite în exploatare sunt rezultatul acțiunii forțelor în timpul funcționării construcției tehnice, al vibrațiilor produse de sistemele de transmisii mecanice, condițiilor de mediu (de ex., acțiunea corosivă), variațiilor de temperatură etc. Ele pot avea caracter aleator sau determinist [110]. Cele cu caracter aleator nu se pot determina analitic, ci se înregistrează desfășurarea lor în timp, făcându-se apoi, prin calcule probabilistice, estimări asupra comportării în exploatare a pieselor. Solicitățile cu caracter determinist se caracterizează prin posibilitatea stabilirii unor relații matematice, pe baza cărora se poate prevedea evoluția lor la un moment dat.

Așadar, fenomenul de distrugere prin oboseală a pieselor datorită solicitărilor variabile este complex, necesitând luarea în considerare, încă din faza de proiectare, a factorilor care pot contribui la rupere și definirea exactă a condițiilor de exploatare

Fenomenul de rupere prin oboseală constă în parcurgerea a trei faze distincte: inițierea (amorsarea) microfisurii, propagarea fisurii în secțiunea piesei, prin mecanisme specifice procesului de oboseală [120], și ruperea finală (fig.6.1).

Faza inițierii (nucleației) microfisurii este un proces de rupere locală datorată unor modificări structurale (dislocații) succesive ale materialului sub acțiunea unui număr suficient de cicluri de solicitare și a tensiunilor tangențiale maxime. Durata procesului de inițiere poate fi scurtată sau chiar anulată, trecându-se direct la faza de propagare, în cazul în care sunt prezente în structură anumite discontinuități de ordinul de mărime al microfisurilor sau al macrofisurilor.

Propagarea fisurii se datorează tensiunii maxime de întindere și presupune creșterea lentă (propagare stabilă) a acesteia ca urmare a unui proces de deformare plastică repetată și rupere în vecinătatea punctului de început (vârfului) al fisurii [121]. Creșterea lungimii fisurii determină accelerarea procesului de fisurare. Există însă situații (limite de grăunți unde planele de alunecare au orientări nefavorabile) în care, datorită valorii scăzute a solicitării, regimul de deformare de la vârful fisurii se stabilizează, iar procesul de propagare încetează. Astfel, se definește pragul de nepropagare a fisurii de oboseală, respectiv condiția de solicitare corespunzător căreia durata de viață la solicitări variabile este, practic, nelimitată.

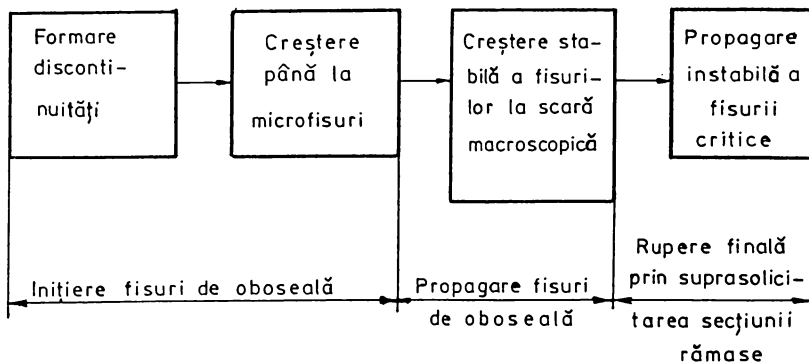


Fig.6.1. Fazele ruperii prin oboseală [120].

Ruperea finală se produce în momentul în care una din fisuri se dezvoltă și atinge dimensiunea critică, fiind o rupere fragilă.

Capacitatea unui material de a se opune ruperii, în condițiile acționării unor eforturi unitare variabile în timp, definește rezistența la oboseală, care este influențată de anumiți factori:

- constructivi (existența sau nu a concentratorilor de tensiune - schimbări bruște ale secțiunii transversale);
- tehnologici (tehnologia de elaborare a semifabricatului, prelucrările mecanice și termice ale acestuia, starea suprafeței);
- condiții de lucru (variația și felul solicitărilor, temperatura mediului de lucru, agenții corosivi etc.).

6.1.1. Influența factorilor constructivi asupra rezistenței la oboseală

a) Concentrarea eforturilor unitare.

Fenomenul de concentrare a eforturilor unitare se manifestă și la solicitări variabile, prin faptul că o piesă cu concentratori are o rezistență la oboseală inferioară celei a piesei fără concentratori, la aceleași dimensiuni de piese.

Concentratorii provoacă creșteri importante ale tensiunilor, respectiv ale deformațiilor, mai ales la suprafața pieselor, locul unde, de regulă, se produce amorsarea fisurilor de oboseală. În calcule, concentrarea tensiunilor se exprimă prin coeficientul teoretic de concentrare a tensiunilor

$$K_t = \sigma_{conc} / \sigma_{nom}, \quad (6.1)$$

în care σ_{conc} este valoarea locală maximă a tensiunii la rădăcina concentratorului iar σ_{nom} tensiunea nominală calculată pentru secțiunea dată, sau prin coeficientul efectiv de concentrare (factorul de reducere a rezistenței la oboseală) definit de raportul

$$K_s = S_1 / S_{1k}, \quad (6.2)$$

în care S_1 este rezistența (limita) la oboseală a epruvetei netede, iar S_{1k} rezistența la oboseală a epruvetei cu concentrator.

b) Dimensiunile piesei (epruvetei)

Rezistența la oboseală a unor piese (epruvete netede) executate din același material și având aceeași stare a suprafeței, în aceleași condiții de solicitare, depinde de dimensiuni (scade cu creșterea diametrului). Coeficientul dimensional ϵ (subunitar) se calculează cu relația (6.3) propusă de cercetătorul rus Afanasiev:

$$\epsilon = (\bar{d}_0/d)^m, \quad (6.3)$$

în care d și \bar{d}_0 sunt diametrul piesei, respectiv al epruvetei standardizate, iar exponentul m are valorile 0,08-0,12, pentru oțelurile de construcții mecanice.

Așadar, rezistența la oboseală a unei piese de diametru d se poate determina făcând produsul dintre rezistența la oboseală a epruvetei standard, executată din același material, și factorul dimensional, conform relației (6.4):

$$(S_{-1})_d = \epsilon \cdot (S_{-1})_{d_0}. \quad (6.4)$$

6.1.2. Influența factorilor tehnologici

a) Materialul și tehnologia de elaborare a semifabricatului.

Structura neuniformă a materialului, structura cu granulație mare, existența unor cruste de turnare, forjare, laminare, tratamentele termice incorect aplicate sunt factori tehnologici cu efect nefavorabil asupra rezistenței la oboseală. Dimpotrivă, aplicarea corectă a tratamentelor termice primare, crearea de fibre longitudinale prin forjare sau laminare au efect pozitiv la solicitarea la oboseală.

b) Starea suprafeței piesei.

Aceasta influențează rezistența la oboseală prin cumulara efectelor unor factori, ca: rugozitatea suprafeței, proprietățile fizico-mecanice ale stratului superficial (structură, duritate, grosime, oxidare etc.) și tensiunile reziduale (remanente). Dacă o suprafață prevăzută cu rizuri și oxizi sau cu o structură cristalină distrusă în urma prelucrărilor mecanice conduce la micșorarea rezistenței la oboseală, duritatea ridicată a suprafeței și prezen-

ța în stratul superficial a unor tensiuni remanente de compresiune (v. § 3.4.3), induse și prin tratamentul termochimic de nitrurare ionică, conduc la creșterea acesteia (v. tab. 6.1).

c) **Prelucrări mecanice, termice și termochimice pentru mărirea rezistenței la oboseală.**

Prin diverse prelucrări superficiale mecanice (ecruisarea cu jet de alică, rularea cu role etc.) sau la cald (tratamente termice: călirea superficială și termochimice: carburarea, nitrurarea și, mai ales, nitrurarea ionică etc.) se poate obține o creștere substanțială (uneori, cu 200-300%) a rezistenței la oboseală.

6.1.3. Influența condițiilor de lucru

a) **Variația și felul solicitării.**

Rezistența la oboseală este influențată defavorabil de existența suprasolicitărilor, la frecvențe foarte ridicate, care acționează la durate limitate, dar au o valoare mai mare decât rezistența la oboseală.

Ca și la solicitările statice, valorile rezistenței la oboseală diferă de la un tip de solicitare la alt tip: întindere, compresiune, torsiune, solicitări compuse.

b) **Acțiunea agenților corosivi.**

Agenții corosivi conduc la micșorarea rezistenței la oboseală

c) **Temperatura.**

Rezistența la oboseală a materialelor este afectată negativ de temperaturile mai ridicate ce iau naștere în unele organe de mașini în timpul funcționării acestora.

Cunoașterea limitei de oboseală a unui material, în condiții date de aplicare a eforturilor, prezintă un interes indiscutabil pentru alegerea materialului în activitatea de proiectare, în primul rând. În al doilea rând, la același material, creșterea limitei de oboseală prin aplicarea unor tehnologii de prelucrare mecanică sau termică speciale (de ex., nitrurarea ionică) permite reducerea consumului de material, a greutateii piesei realizate și o mărire a siguranței în exploatare. Scopul lucrării este, tocmai, acela de a arăta influența nitrurării ionice asupra comportării la oboseală la diferite temperaturi a unor oțeluri aliate de construcție.

Dintre metodele directe de încercare folosite pentru determinarea caracteristicilor la solicitări variabile (metoda clasică a lui Wöhler, metoda treptelor, metoda sarcinilor progresive ș.a.) sau indirecte bazate pe modificarea unor constante termofizice (modulul de elasticitate, temperatura epruvetei, coeficientul de dilatare liniară, permeabilitatea magnetică etc.) în timpul încercării, încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă este cea mai des folosită.

6.2. Încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă

6.2.1. Introducere

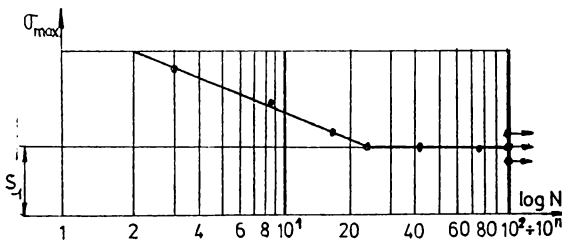


Fig.6.2. Curba Wöhler (teoretică) [120].

Metoda de încercare la oboseală prin încovoiere rotativă constă în ruperea unei epruvete (piese) la un număr de cicluri (N) de eforturi periodice (tensiuni) de amplitudine maximă (σ_{max}) și frecvență constantă. Astfel, fiecărei epruvete (piese) îi va corespunde o pereche de valori (σ , N) și, plecând de la un lot de epruvete supuse la tensiuni maxime diferite, se obține o curbă de forma celei prezentate în fig.6.2, cunoscută sub numele de **curba Wöhler**. Epruvetele majorității oțelurilor, după ce au suportat 10^7 cicluri de variație a eforturilor, de obicei nu se mai rup la o încercare ulterioară, deci ca bază pentru determinarea rezistenței la oboseală se consideră $N_p = 10^7$ cicluri ("durabilitatea la oboseală").

6.2.2. Oțeluri, tratamente și epruvete de încercare

Pentru studiul comportării la oboseală s-au ales, din cele opt oțeluri slab aliate de construcție supuse nitrurării ionice, oțelurile 40Cr10 și 42MoCr11, care au o bună comportare la acest tratament și sunt des folosite la fabricarea unor organe de mașini.

Pentru ridicarea curbilor de oboseală Wöhler au fost necesare loturi de câte 8 epruvete (numărul minim de epruvete pentru o încercare). Compoziția chimică a celor două oțeluri: 0,4% C, 0,61%Mn, 0,29% Si, 0,98% Cr (40Cr10) și, respectiv, 0,42% C, 0,78% Mn, 0,28% Si, 0,15% Mo, 1,09% Cr (42MoCr11). Având în vedere numărul relativ mare de încercări, din oțelul 40Cr10 s-au realizat 104 de epruvete (13 loturi), din care: 32 în stare îmbunătățită (regimurile de tratament conform tab.3.2), 48 epruvete în stare îmbunătățită și nitrurată ionic la regimurile: 520°C/8;12;16h și 560°C/8;12;16h, considerate optime, din punct de vedere al caracteristicilor stratului (duritate și grosime), pentru studiul comportării la oboseală în starea nitrurată față de starea îmbunătățită, iar 24 sunt îmbunătățite și nitrurate ionic numai la regimul de 520°C/12h (în total la acest regim s-au nitrurat 32 epruvete), pentru a analiza comportarea la oboseală la temperaturi ridicate (200, 350 și 500°C), deoarece la acest regim s-a obținut limita la oboseală cea mai bună. Din oțelul 42MoCr11 s-au executat doar 56 epruvete (7 loturi), necesare pentru analizarea primelor două situații precizate. În fig. 6.3 sunt redată forma și dimensiunile epruvetei de încercare, care

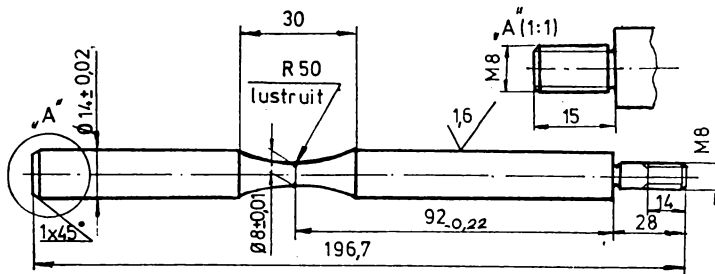


Fig.6.3. Epruvetă pentru încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă [75].

se deosebește de cea din STAS 5878-77 (fig.1a) [122] prin valoarea diametrului secțiunii toroidale "d" (ϕ 8 mm, în loc de 6; 7,5 sau 9 mm), respectând însă prescripțiile din standard: $L_c \geq 3d$ și $R_c \geq 5d$ (L_c și R_c fiind lungimea și, respectiv, raza porțiunii calibrate a toroidului), și prin porțiunea filetată de la unul din capete corespunzătoare echipamentului de fixare și aplicare a sarcinii (fig. 6.4) al instalației de încercare (fig.6.5). Trebuie făcută preciza-

rea că epruvetele sunt fără concentratori de tensiune, rugozitatea suprafeței porțiunii calibrate fiind de $0,025 \mu\text{m}$ (lustruită). De asemenea, la cele 48 epruvete pentru încercarea la temperaturi ridicate (24 îmbunătățite și 24 nitrurate), capătul marcat cu "A" a fost filetat la dimensiunile M 8x15 mm, în vederea fixării lor în echipamentul aferent încercării (fig.6.7).

Semifabricatele (bare laminate debitate la lungimi apropiate de cea finală a epruvetei) din care s-au executat epruvetele au fost, mai întâi, îmbunătățite la o structură de sorbită de revenire pentru ca eventualele deformații de tratament să fie eliminate prin prelucrările mecanice (degroșare și finisare) ulterioare și pentru ca toate suprafețele epruvetelor să posede rugozitate cât mai mică, în vederea nitrurării ionice în condiții corespunzătoare (de ex., evitarea trecerii descărcării luminescente în regim de arc electric). Din totalul celor 160 de epruvete, 40 au rămas în stare îmbunătățită, iar restul, după pregătirea aferentă nitrurării, au fost supuse nitrurării ionice la regimurile precizate mai înainte.

6.2.3. Efectuarea încercării

Prin aplicarea sarcinilor constante la capătul epruvetelor și prin rotirea lor, se realizează cicluri simetrice de încovoiere.

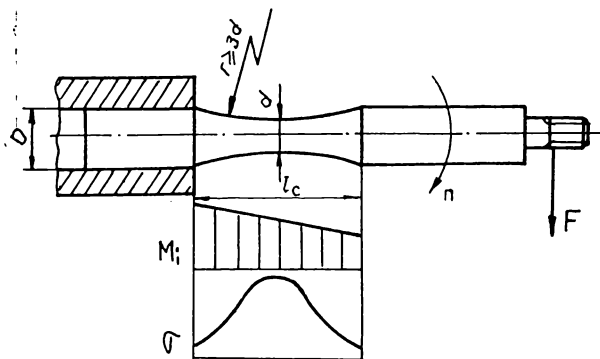


Fig.6.4. Aplicarea sarcinii la încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă [122].

Din modul de rezemare și încărcare al epruvetei, redat în fig 6.4, rezultă că, în punctul situat în partea superioară, are loc un efort unitar de întindere. Când epruveta se rotește cu 180°C , cele două puncte ale secțiunii minime schimbă pozițiile între ele respectiv zona so-

licitată la întindere ajunge în partea inferioară a secțiunii, unde este solicitată, de data aceasta, la compresiune, astfel că, la o mișcare de rotație continuă a epruvetei pe o durată mare de timp, efortul unitar variază de un număr foarte mare de ori între cele două limite.

În principiu, încercarea începe cu un efort unitar maxim ($\sigma_{\max}=0,6 R_m$), care face ca epruveta să se rupă la un anumit număr de cicluri, urmează ca a doua epruvetă să se încarce cu un efort unitar mai mic cu 10-20 N/mm², constatându-se că ea se rupe la un număr mai mare de cicluri decât prima epruvetă. Încercarea continuă, micșorându-se progresiv efortul unitar până la o anumită valoare, la care ultima epruveta nu se mai rupe nici după ce a efectuat 10⁷ cicluri, ceea ce înseamnă că materialul rezistă la un număr nelimitat de cicluri. Valorile obținute dau curba Wöhler, care însă este o dreaptă (fig.6.2) cu pantă descrescătoare, urmată de un palier având valoarea rezistenței la oboseală, respectiv a limitei de oboseală (S_1). Prin încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă se mai pot determina durabilitatea (N_b) și rezistența la durabilitate limitată ($\sigma_N = M_{\max}/W$, în care M_{\max} este momentul de încovoiere maxim, iar W -modulul de rezistență al epruvetei).

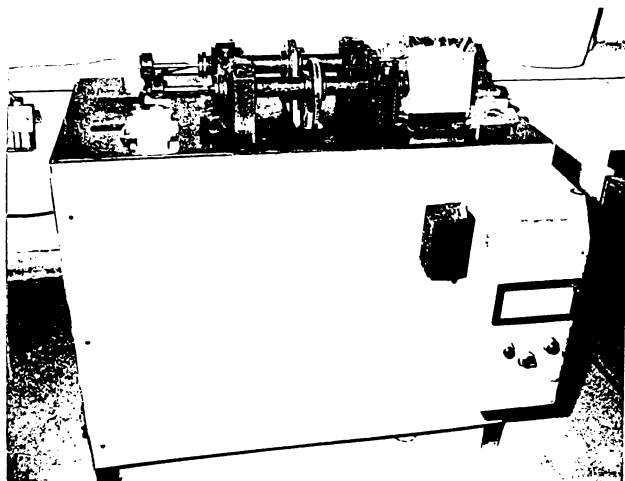


Fig.6.5. Instalația de încercare la oboseală prin încovoiere rotativă [75].

Încercările pentru determinarea rezistenței la oboseală s-au efectuat, conform STAS 5878-77, pe instalația de încercare la oboseală prin încovoiere rotativă (fig.6.5) [75], cu patru posturi, unul pentru încercarea la temperatura ambiantă, al doilea pentru încercarea la temperaturi ridicate (până la 550°C), cel de-al treilea adaptat pentru încercări în medii corosive, iar cel de-al patrulea poate fi adaptat și el pentru încercarea la temperaturi negative. Instalația este proiectată de autorul acestei lucrări și realizată în regie proprie, ea găsindu-se în laboratorul de Tratamente Termice al Catedrei de Știința Materialelor și Tratamente Termice, și constituie o noutate pe plan național.

Echipamentul de fixare a epruvetei și de aplicare a sarcinii la încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă este prezentat în fig.6.6 [75], fiind alcătuit din următoarele părți principale: arborele de antrenare (1), bușca elastică (2) pentru fixarea prin strângere a epruvetei (3) și mecanismul de încărcare (4).

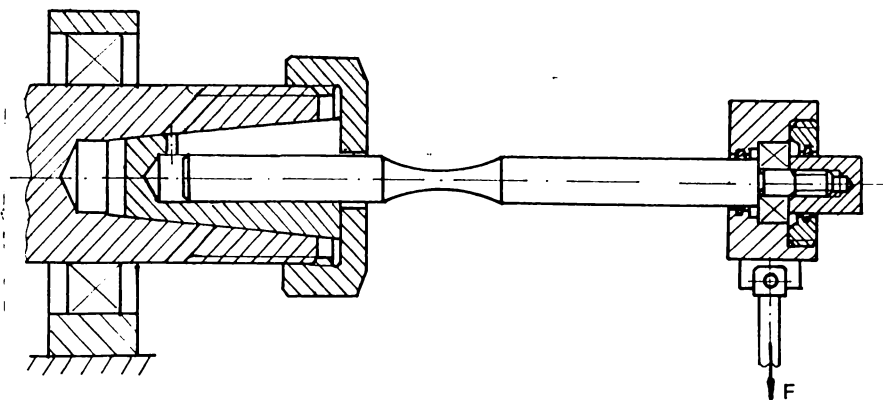


Fig.6.6. Schema echipamentului de încercare la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă [75].

Pentru încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate s-a folosit echipamentul din fig.6.7 [75], care este prevăzut cu elemente noi față de varianta din fig.6.6, și anume: prelungitorul (5), necesar instalării epruvetei în capătul

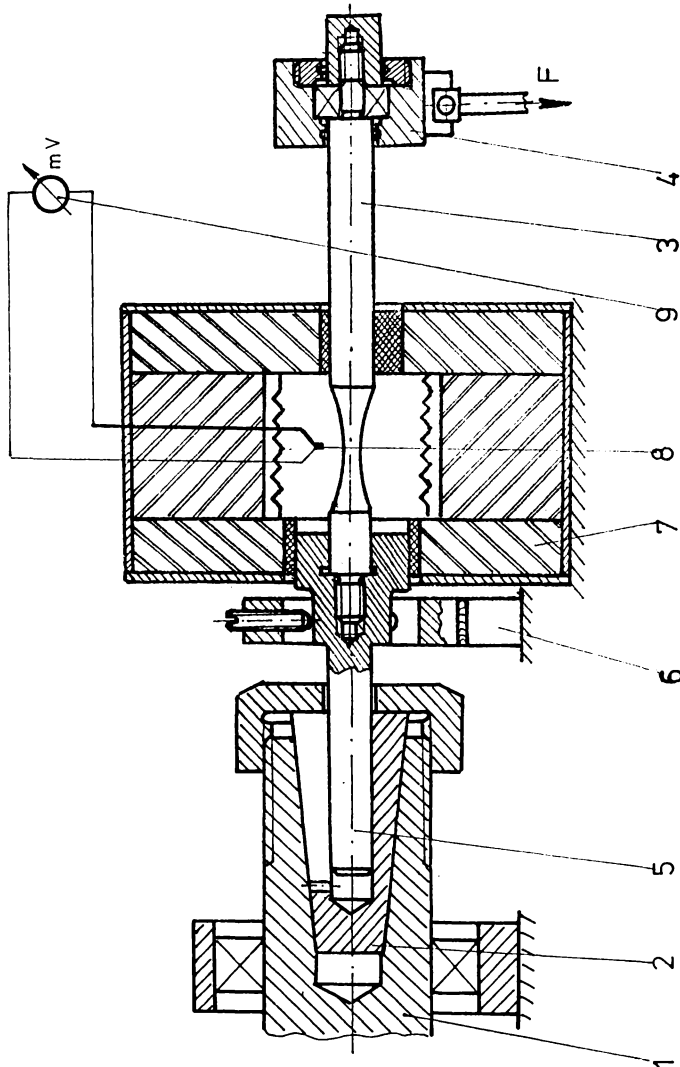


Fig.6.7. Echipamentul pentru încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate [75].

arborelui de antrenare, luneta (lineta) (6), care sprijină prelun-
gitorul (5) pentru a limita săgeata epruvetei în dreptul secțiunii
minime, în intervalul valorilor admisibile, și pentru a realiza o
coaxialitate a epruvetei cu arborele de antrenare cu o abatere de
maximum $\pm 0,025$ mm, cuptorul electric cu rezistoare metalice (7)
pentru încălzirea epruvetei la temperatura dorită, care este regla-
tă și măsurată, prin intermediul termocuplului (8), la milivoltme-
trul (9). Așadar, în același timp, se efectuează pe trei posturi
încercarea la oboseală la temperatura ambiantă și la diferite efor-
turi, iar pe cel de-al patrulea încercarea la diverse temperaturi.

6.3. Influența structurii și caracteristicilor stratului ni- trurat ionic asupra rezistenței la oboseală prin încovo- iere rotativă la temperatura ambiantă

6.3.1. Structura și caracteristicile stratului nitrurat ionic

Pentru încercări la oboseală, din multitudinea de regimuri
de nitrurare ionică cercetate, s-au ales doar regimurile de $520^{\circ}\text{C}/$
 $/8;12;16\text{h}$ și $560^{\circ}\text{C}/8;12;16\text{h}$ din două considerente: pe de o parte,
regimul de $480^{\circ}\text{C}/8;12;16\text{h}$ conduce la obținerea unor caracteristici
de strat necorespunzătoare (duritate prea mare și grosime de strat
redușă) pentru solicitarea la oboseală, ca de altfel și durata de
4h la toate cele trei temperaturi, precum și duratele de 20 și 24h
la temperaturile de 520 și 560°C (durități scăzute și grosimi mari)
așa cum reiese din cap.3, iar pe de alta, consum mare de material.

După efectuarea operației de nitrurare la regimurile preciza-
te, s-a recurs la investigații metalografice ale stratului superfi-
cial și la determinări sclerometrice pe probe martor executate din
aceleași materiale, în vederea stabilirii influenței nitrurării io-
nice asupra morfologiei și caracteristicilor stratului superficial.

Analiza metalografică a scos în evidență existența celor două
zone distincte (de combinație și de difuzie) în stratul nitrurat
ionic (v.fig.3.14, 3.20, 3.21 și 6.8), pentru toate regimurile.

Grosimea stratului nitrurat ionic a fost determinată utili-
zând metoda măsurării microdurității și ținând seama de relația

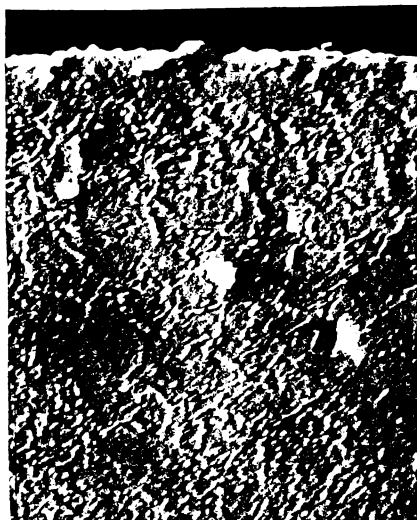


Fig.6.8. Microstructura stratului nitrurat ionic la 520°C /12h, pentru oțelul 40Cr10.
M.E.B. 1500x.

(3.9). Valorile durităților, grosimilor de strat și tensiunilor reziduale maxime obținute sunt înregistrate în tabelul 6.1.

6.3.2. Evaluarea rezultatelor experimentale

În continuare s-a trecut la efectuarea încercărilor la oboseală în cele două stări de tratament: îmbunătățită și nitrurată ionic la regimurile alese, valorile limitelor de oboseală pentru cele 14 loturi de epruvete din cele două oțeluri, rezultate din curbele de oboseală aferente, fiind trecute în tabelul 6.2. În fig.6.9 și 6.10 sunt prezentate câte o curbă Wöhler de oțel [123].

Tabelul 6.1. Duritățile și grosimile stratului nitrurat ale epruvetelor de încercare la oboseală prin încovoiere rotativă.

Nr. crt.	Oțelul	Regimul de nitrurare [°C/h]	Duritatea [HV _{0,2}]	Grosimea stratului [mm]	Tensiuni reziduale superficiale
1	40Cr10	520/8	726	0,22	-637 N/mm ²
2		520/12	713	0,25	-613
3		520/16	677	0,28	-591
4		560/8	649	0,24	-534
5		560/12	618	0,27	-516
6		560/16	603	0,31	-478
7	42MoCr11	520/8	746	0,20	-679
8		520/12	720	0,21	-657
9		520/16	695	0,23	-637
10		560/8	660	0,22	-555
11		560/12	628	0,25	-528
12		560/16	608	0,27	-507

Tabelul 6.2. Valorile limitelor de oboseală

Nr. crt.	Oțelul	Limita de oboseală prin încovoiere rotativă, N/mm ² (MPa), în				
		stare îmbunătățită	stare nitrurată ionic la:			
			520°C/ nr.ore	crește- re, %	560°C/ nr.ore	crește- re, %
1	40Cr10	440	695/8	57,95	640/8	45,45
2			690/12	56,82	635/12	44,32
3			675/16	53,41	625/16	42,05
4	42MoCr11	460	720/8	56,52	670/8	45,65
5			710/12	54,35	665/12	45,57
6			685/16	48,91	650/16	41,30

Rezultatele obținute atestă o creștere cu 54-57% a rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă a oțelurilor aliate cu Cr și, respectiv, cu Mo-Cr, nitrurate ionic la 520°C/12h, față de starea îmbunătățită, mărindu-se corespunzător și durata de funcționare a organelor de mașini executate din aceste oțeluri (de până la 2,5 ori).

Mărirea rezistenței la oboseală (limitei de oboseală) se explică prin aceea că, în timpul nitrurării ionice la regimurile analizate, se precipită nitruri fine de Cr (fig.6.11) sau/și de Mo, care blochează deplasarea dislocațiilor în rețeaua cristalină a feritei suprasaturate în azot, deci întârzie inițierea microfisurii. De asemenea, datorită diferenței de volum specific dintre stratul nitrurat și miez se induc tensiuni de compresiune, care conduc la o creștere însemnată a rezistenței la oboseală.

Valorile limitei de oboseală sunt afectate de principalii parametri tehnologici, în sensul că, la creșterea temperaturii de nitrurare de la 520°C la 560°C, acestea sunt diminuate, datorită micșorării dunității ca urmare a coalescenței și separării din matrice a nitrurilor (de ex., de la 690 N/mm² la 635 N/mm², la $\tau=12h$, pentru oțelul 40Cr10), respectiv odată cu mărirea duratei de nitrurare (de la 12 la 16 h), deși grosimea stratului superficial crește (la același oțel, pentru temperatura de 520°C, de la 0,25 mm la 0,28 mm), limita de oboseală înregistrează o ușoară scădere, drept rezultat

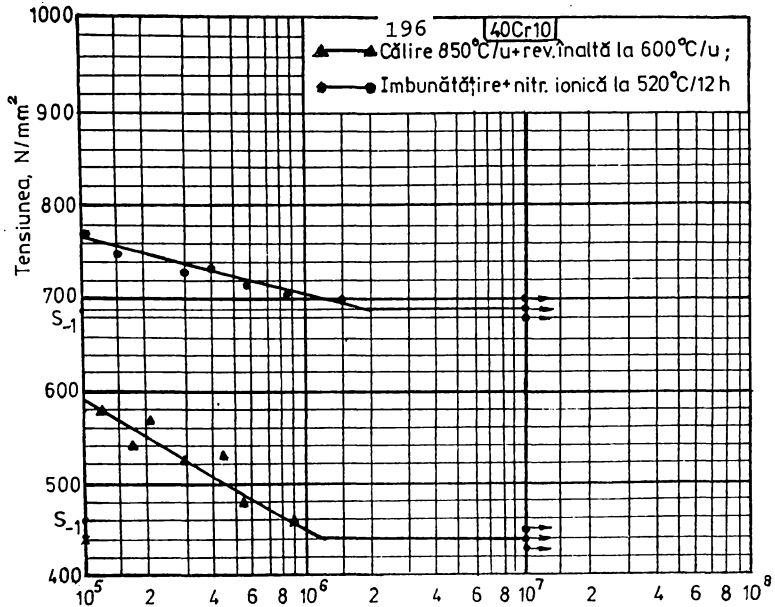


Fig.6.9. Curba Wöhler a oțelului 40Cr10 pentru cele două stări de tratament [123].

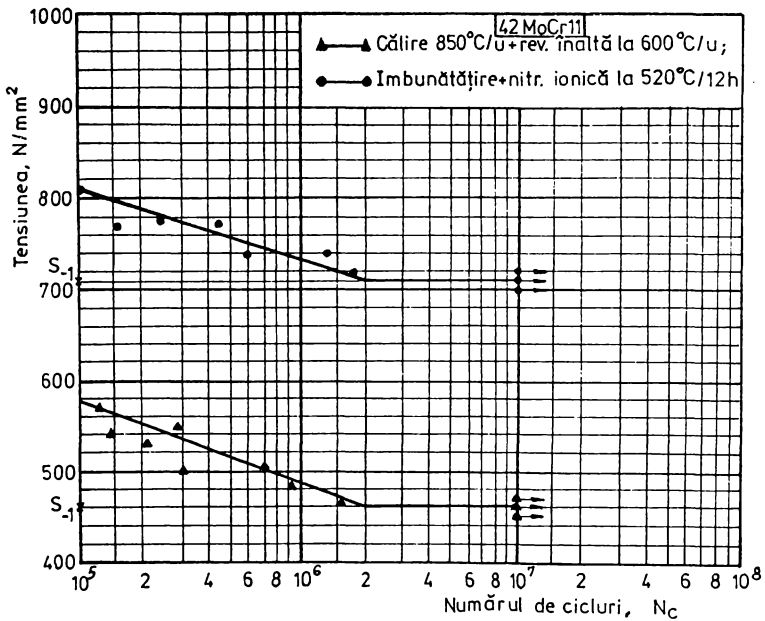


Fig.6.10. Curba Wöhler a oțelului 42MoCr11 pentru cele două stări de tratament [123].



Fig.6.11. Microstructura stratului nitrurat ionic (520°C/12 h) al oțelului 40Cr10. 500x.

vetelor cu diferiți concentratori.

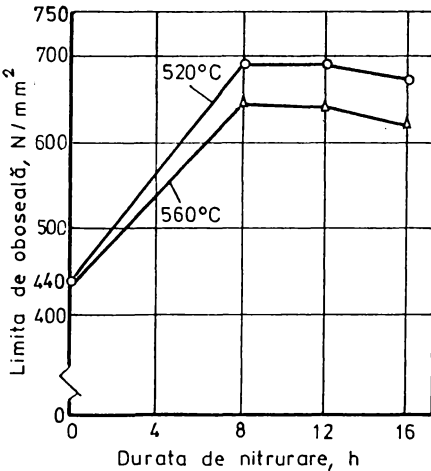


Fig.6.12. Variația limitei de oboseală în funcție de temperatura și durata de nitrurare ionică, la oțelul 40Cr10. 500x.

al diminuării tensiunilor reziduale de compresiune din strat. Prezența Mo în structură, la conținuturi apropiate de C și Cr și la același regim de nitrurare ionică (520°C/12h), face ca limita de oboseală să crească cu cca 5% (de la 680-690 N/mm² la 710-720 N/mm²).

În fig.6.12 și 6.13 sunt redate variațiile limitei de oboseală în funcție de temperatura și durata nitrurării ionice, pentru cele două oțeluri studiate, în cazul epruvetelor fără concentratori de tensiune. În sursa [124] sunt precizate date cu privire la influența nitrurării ionice asupra comportării la oboseală și a epru-

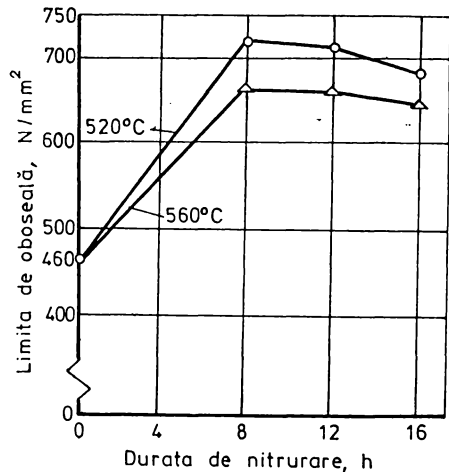


Fig.6.13. Variația limitei de oboseală în funcție de temperatura și durata de nitrurare ionică, la oțelul 42MoCr11. 500x.

O reprezentare sugestivă a proprietăților stratului nitrurat ionic la $520^{\circ}\text{C}/8;12;16\text{h}$ este arătată în fig.6.14, respectiv limita de oboseală, duritatea și tensiunile reziduale superficiale.

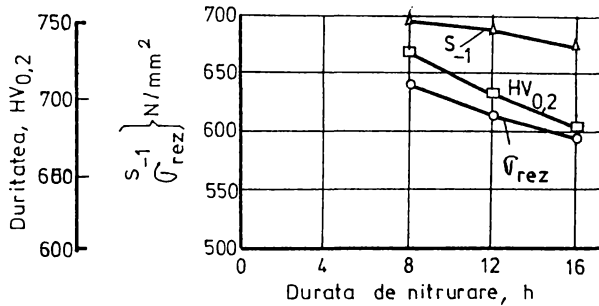


Fig.6.14. Variația proprietăților stratului nitrurat ionic la $520^{\circ}\text{C}/8;12;16\text{h}$, în cazul oțelului 40Cr10.

În ceea ce privește aspectul zonelor de rupere ale epruvetelor în cele două stări de tratament, examinările stereomicroscopice (fig.6.15, îmbunătățită și fig.6.16, îmbunătățită și nitrurată ionic) reliefează existența a două zone distincte:

- o zonă lucioasă (neuniformă la epruvetele îmbunătățite) la exteriorul secțiunii de rupere, datorită frecării materialului în timpul inițierii și propagării lente a fisurii; această zonă prezintă anumite denivelări care au o dispunere în arcuri concentrice față de locul de inițiere a microfisurii și sunt rezultatul deformării plastice și ecruisării materialului din zona vârfului fisurii;
- o zonă grăunțoasă (aproape concentrică cu zona lucioasă, la epruvetele nitrurate ionic) în partea în care are loc propagarea rapidă a fisurii (de regulă, în centrul secțiunii) ce duce la ruperea finală, ea având caracterul unei rupei fragile și fiind rotită față de locul inițierii rupei în sens opus celui de rotație.

Examinarea microfractografică la microscopul electronic cu baleiere (M.E.B) a zonei (suprafeței) de rupere prin oboseală la încovoiere rotativă a epruvetelor nitrurate ionic evidențiază prezența unor striuri aproape paralele și echidistante (fig.6.17),

definitorii pentru ruperea prin fisurare progresivă. Striurile se



Fig.6.15.Aspectul rupturii prin oboseală în starea îmbunătățită

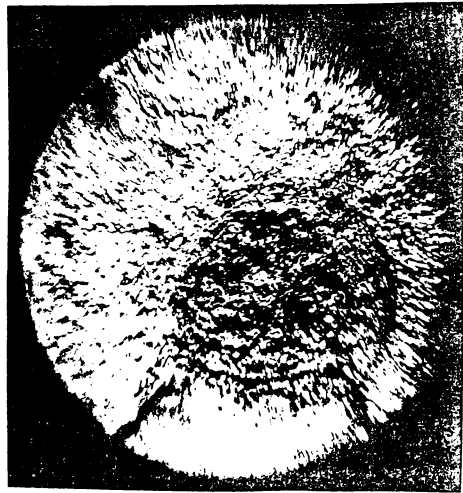


Fig.6.16.Aspectul rupturii prin oboseală în starea îmbunătățită și nitrurată ionic.

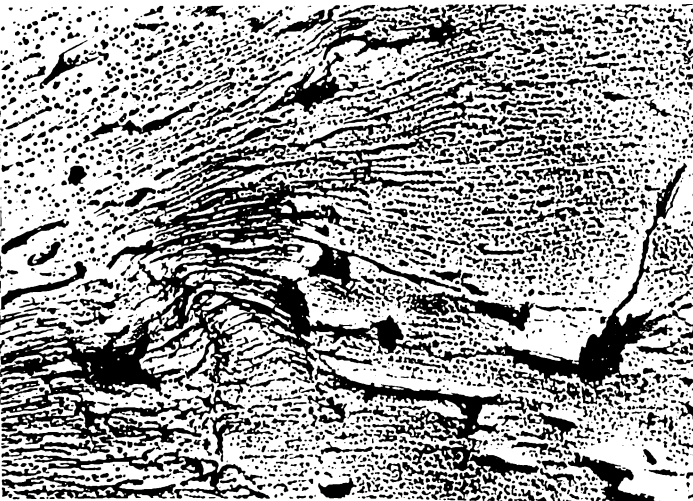


Fig.6.17. Aspectul microfractografic al rupturii prin oboseală în stratul nitrurat ionic. 5000 x.

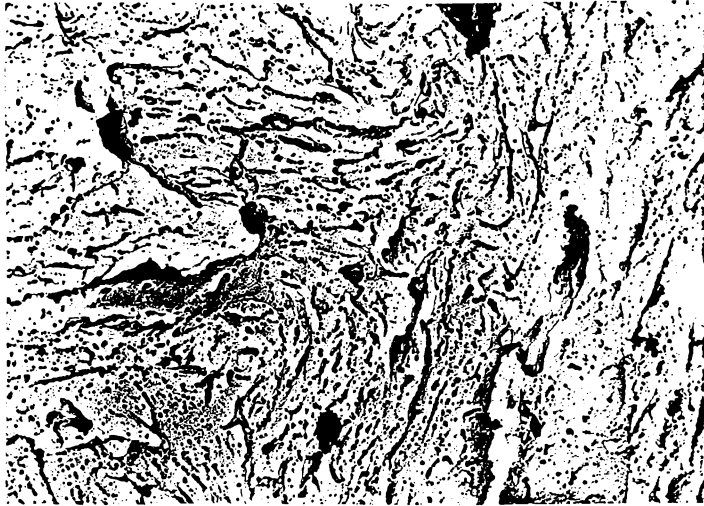


Fig. 6.18. Aspectul microfractografic al rupturii prin oboseală în adâncimea stratului nitrurat ionic. 5000x

distanțează însă progresiv pe măsură ce se îndepărtează de amorsa de rupere din stratul marginal (fig.6.18). Distanța crescândă între striuri denotă o creștere a vitezei de fisurare sub solicitarea ciclică, pe măsură ce crește distanța de la amorsă. Se observă din aceeași figură, între unele striuri, și suprapuneri de mici formațiuni con-cupă caracteristice ruperii ductile.

De asemenea, examinarea microscopică arată că inițierea rupei prin oboseală are loc sub forma unor microfisuri, care se extind, pe grăunții cristalini de la suprafață, în lungul unor plane de alunecare, orientate aproximativ la 45° față de direcția tensiunii principale maxime, iar procesul de propagare a fisurilor este caracterizat prin modificarea orientării ruperii către un plan perpendicular pe direcția tensiunii principale maxime. Analize de mare finețe (difracție de raze X) relevă, înaintea apariției microfisurilor, procese de modificare a repartiției dislocațiilor, însoțite de formare de benzi de alunecare și, mai apoi, de discontinuități (microfisuri). Acestea se produc pe aceleași plane atomice și direcții cristalografice ca și în cazul solicitării statice monoaxiale, dar nu se dezvoltă în întreaga masă a piesei, ci numai într-un număr limitat de grăunți cristalini [125].

Procesul de fisurare prin oboseală este preponderent transgranular (transcristalin), fisurarea intergranulară fiind întâlnită numai când oboseala a apărut asociată cu fluajul sau cu coroziunea fisurantă sub tensiune. Deci, ruperea finală (fig.6.19) se produce prin alunecare și este precedată de deformații plastice mari.

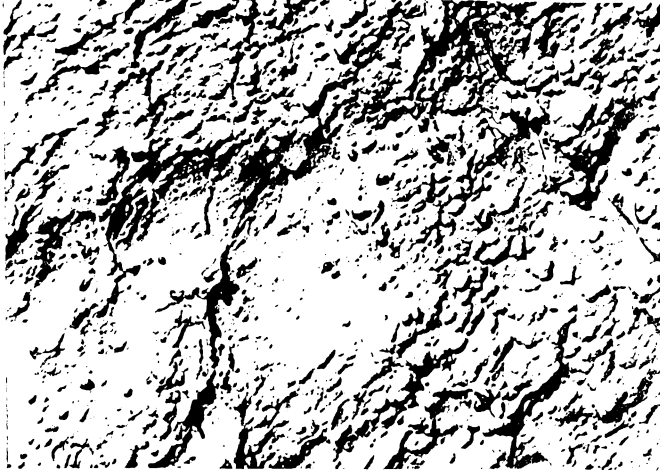


Fig.6.19. Aspectul rupturii finale. 5000 x.

Zona de rupere la oboseală caracteristică unei epruvete în stare îmbunătățită este arătată în fig.6.20.



Fig.6.20. Aspectul rupturii la oboseală prin încovoiere rotativă în stare îmbunătățită. 5000 x.

În consecință, prin examinarea zonei de rupere prin oboseală se pot face aprecieri cu privire la tipul și nivelul solicitărilor care au condus la rupere și se pot stabili anumite condiții de proiectare constructivă și tehnologică pentru piesele supuse la solicitări variabile, astfel încât să se prevină ruperea acestora.

6.4. Influența temperaturii asupra rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă a oțelului 40Cr10 nenitrurat și nitrurat ionic

6.4.1. Considerații generale

Comportarea la oboseală este determinată, în mare măsură, de deformațiile plastice care apar la solicitarea alternant-simetrică, acestea depinzând, la rândul lor, de temperatura la care se realizează solicitarea piesei.

Încercări la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi superioare temperaturii mediului ambiant nu sunt stipulate în standarde sau norme interne ori internaționale, ele executându-se doar pentru cercetarea cât mai completă a anumitor materiale din care se execută piese puternic solicitate în exploatare sau destinate să lucreze la diferite temperaturi (palete și discuri de turbine, compresoare de gaze calde, șuruburi și prezoane ale pompelor și compresoarelor pentru fluide calde etc.).

Primele rezultate ale încercărilor la oboseală la temperaturi ridicate au fost publicate de Lea, Moore și Jasper, în anii 1924/25, iar în anul 1942, Hempel și Krug stabilesc primele diagrame schematizate ale ciclurilor limită pentru diferite oțeluri [126]. În anul 1962, Alexandrov [127] publică rezultatele cercetărilor privind durabilitatea oțelului 2H13 (echivalent cu oțelul inoxidabil martensitic indigen 20Cr130) încercat la diferite temperaturi (fig.6.21).

Dacă, în țara noastră, primele cercetări experimentale privind oboseala metalelor s-au efectuat în anul 1930, la Timișoara, de către Acad. Micloși, singurele cercetări referitoare la rezistența materialelor la solicitări variabile la cald au fost efectuate, începând cu anul 1962, la I.C.E.M. București [128] (în fig.6.22 se prezintă rezultatele încercărilor la oboseală prin încovoiere

rotativă, la temperaturi de până la 550°C, a oțelului 41MoCr11, în stare normalizată).

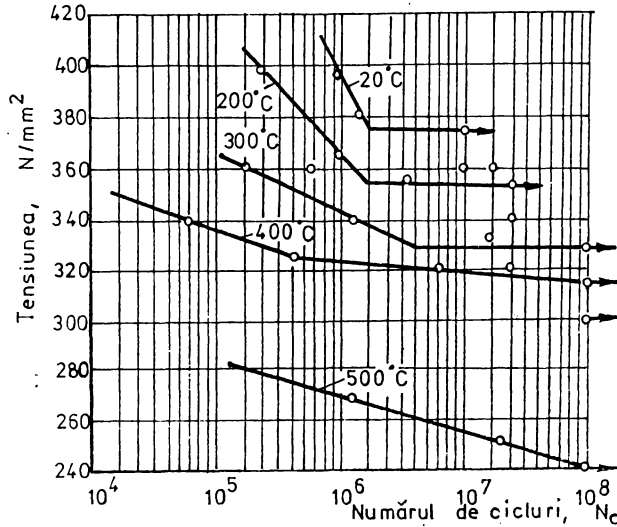


Fig. 6.21. Curbele de oboseală la temperaturi ridicate ale oțelului 2H13 (20Cr130) [127].

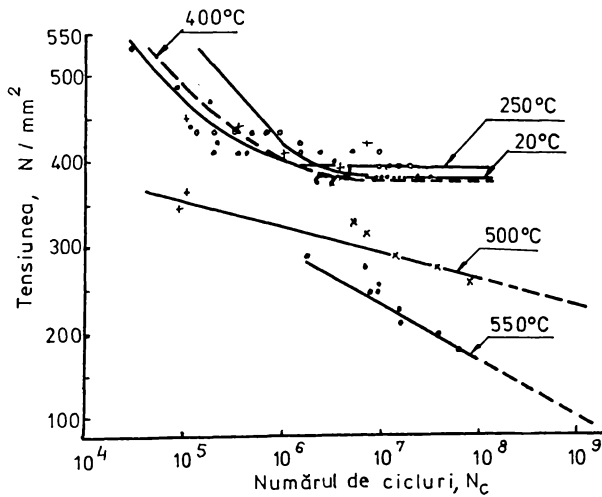


Fig. 6.22. Curbele de oboseală la temperaturi ridicate ale oțelului 41MoCr11 [128].

Analizând curbele de oboseală din cele două figuri, se constată că, la temperaturi de încercare de până la 500°C, oțelurile au o limită de oboseală bine determinată (pe palier), forma curbelor de durabilitate fiind practic identică cu cea obținută la încercarea la temperatura ambiantă (totuși, între 400 și 500°C, segmentul înclinat își micșorează panta, iar palierul tinde să se încline, apropiindu-se de direcția celui înclinat). La $T_{incerc} \geq 500^\circ C$, cele două segmente ale curbelor se suprapun ca direcție, curbele de oboseală devenind niște drepte. Acest lucru face ca încercarea să nu fie întreruptă la $N_p = 10^7$ cicluri, ci ea se continuă până la cca 10^8 cicluri [129], și trebuie să se ia în calcul și factorul timp, ca urmare a apariției fenomenului de fluaaj, ceea ce presupune că încercarea este de durată și nu face obiectul cercetărilor acestei lucrări.

Cercetările efectuate în acest capitol se referă doar la influența temperaturilor până la 500°C (inclusiv) asupra rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă a epruvetelor netede (fără concentratori de tensiune) executate din oțelul 40Cr10 (unul dintre cele mai ieftine oțeluri aliate), în stare nitrurată ionic față de starea îmbunătățită, la frecvență constantă a solicitărilor alternant-simetrice.

6.4.2. Comportarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi până la 500°C a epruvetelor îmbunătățite

După efectuarea încercării la oboseală la temperatura mediului ambiant (20°C) pe primul lot de epruvete în stare îmbunătățită, cu rezultatul prezentat în tab.6.2 ($S_{-1} = 440 \text{ N/mm}^2$), cu celelalte 24 de epruvete îmbunătățite s-au continuat încercările de rezistență la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturile de 200, 350 și 500°C, în cuptorul electric cilindric (fig.6.7), variația temperaturii în lungul zonei solicitate (suprafeței toroidale) a epruvetei nedeșășind $\pm 3^\circ C$.

Rezultatele încercărilor (curbele Wöhler) sunt marcate în fig.6.23, iar variația limitelor de oboseală cu temperatura de încercare este redată în fig.6.24.

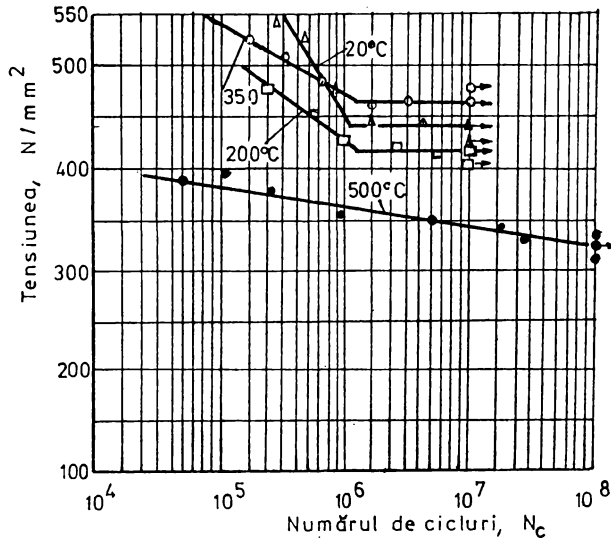


Fig.6.23. Curbele Wöhler ale oțelului 40Cr10 în stare îmbunătățită, în funcție de temperatura de încercare.

Concluziile desprinse din fig.6.21 și 6.22 sunt valabile și în cazul oțelului 40Cr10, în sensul că forma curbelor Wöhler la temperaturile de 200 și 350°C este identică cu cea de la 20°C, iar cea corespunzătoare temperaturii de 500°C este o dreaptă continuu descrescătoare. Diagrama din fig.6.24 conduce la constatarea că rez-

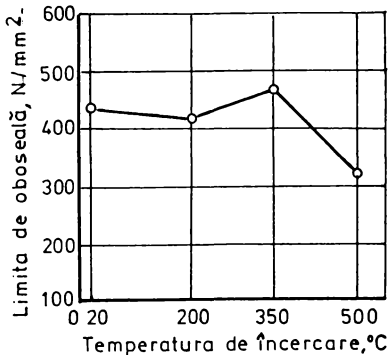


Fig.6.24. Variația limitei de oboseală cu temperatura

istența la oboseală în funcție de temperatura de solicitare reprezintă o curbă caracterizată printr-o scădere la 200°C, urmată de o ușoară creștere la 350°C și din nou o scădere mai pronunțată la 500°C. Creșterea lentă a limitei de oboseală în intervalul 200-350°C s-ar datora atomilor interstițiali de carbon (carburilor) care blochează deplasarea dislocațiilor, în timp ce, la 500°C, mecanismul de fixare a dislocațiilor devine ineficient, astfel că rezistența la oboseală este mult scăzută.

Așadar, cauza creșterii rezistenței la oboseală sunt acțiunile alternative între dislocații și atomii de carbon aflați în rețea care, în condiții determinate (tensiuni exterioare, temperatură de solicitare), sunt în situația de a bloca deplasarea dislocațiilor. Asemenea acțiuni alternative, a atomilor interstițiali cu dislocațiile, pot avea loc după mecanismul (efectul) Snoek [130] și după mecanismul (efectul) Cottrell [131].

Conform mecanismului Snoek, este vorba de acțiuni alternative ale dislocațiilor cu atomii interstițiali care, prin câștig de energie, ajung la o distribuție ordonată în rețea. Pentru mișcarea unei dislocații din jurul atomilor interstițiali ordonați este nevoie de o putere suplimentară pentru învingerea barierei de potențial și, pentru că alunecările de material sunt legate de deplasările dislocațiilor, aceasta echivalează cu o ecruisare. Acest mecanism este mai adecvat pentru deplasări elicoidale decât pentru deplasări în trepte și depinde liniar de concentrația atomilor de carbon dizolvați și crește cu densitatea dislocațiilor.

Efectul Snoek este independent de temperatură, el fiind activ în intervalul 230-480 (500) °C, interval în care viteza de deformare este $\epsilon=10^{-4}$ - 10^{-3} s⁻¹ iar densitatea de dislocații $N=10^6$ - 10^8 cm⁻².

Mecanismul Cottrell se bazează pe aglomerarea de atomi interstițiali. Din cauza măririi rețelei, respectiv a distorsiunii în jurul dislocațiilor, atomii interstițiali găsesc condiții propice, astfel că acolo se aglomerează atomi străini, formând așa numita atmosferă (nor) Cottrell, care este, din aceleași motive energetice ca și la efectul Snoek, în stare să mențină dislocațiile în acel loc. Acest mecanism a fost realizat numai pentru deplasarea dislocațiilor în trepte, alți cercetători arătând, ulterior, valabilitatea mecanismului și pentru deplasarea elicoidală, el fiind, de asemenea, proporțional cu concentrația atomilor interstițiali dizolvați și cu densitatea dislocațiilor și puternic dependent de temperatură, dar este activ (poate lega dislocații) numai la temperatura ambiantă.

Mișcarea atomilor interstițiali dizolvați crește cu creșterea temperaturii și ei însoțesc deplasarea dislocațiilor. Energia solicitată în acest scop, care trebuie să fie livrată prin forțe exterioare, crește dependent de temperatură până când mobilitatea ato-

milor străini devine suficientă pentru a migra cu dislocațiile. Se atinge maximul când viteza medie de deplasare a dislocațiilor devine aproximativ egală cu viteza de difuzie a atomilor interstițiali [132]. La creșterea în continuare a temperaturii se ajunge în domeniul în care și efectul Snoek devine inactiv, iar aglomerarea preferențială a atomilor în jurul dislocațiilor nu se produce [133].

6.4.3. Comportarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi până la 500°C a epruvetelor nitrurate ionic

Cercetări despre rezistența la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate a oțelurilor nitrurate, în general, respectiv în plasmă, în special, nu s-au efectuat în țara noastră până în prezent, iar literatura de specialitate străină consultată conține foarte puține date în acest sens (numai despre oțeluri carbonitrate în baie), cu toate că solicitarea la oboseală și la temperaturi ridicate este de un interes tehnic considerabil.

În timpul funcționării mașinilor pot apărea, în piesele solicitate dinamic, încălziri semnificative datorită temperaturii mediului de lucru, prin frecare sau prin transformarea energiei de deformare plastică variabilă. Ultima se referă, îndeosebi, la piesele mari, puternic solicitate în perioada funcționării mașinii, la care, datorită durificării prin ecrusare ca urmare a solicitării variabile, plasticitatea materialului se diminuează. Cum fazele de repaus alternează cu fazele de solicitare variabilă, în materialul piesei apar, de regulă, situații de solicitare caracterizate prin încălziri urmate de solicitări alternante.

Astfel, comportarea materialului poate fi asimilată cu trei situații practice, și anume:

- a) menținere îndelungată la temperatura ambiantă urmată de solicitare variabilă la temperatură ridicată, situația cea mai des întâlnită (între montajul și funcționarea mașinii trece un timp);
- b) menținere izotermă la temperatură ridicată urmată de solicitare variabilă la temperatura ambiantă;
- c) menținere izotermă urmată de solicitare variabilă la aceeași temperatură ridicată (a mediului de lucru).

6.4.3.1. Comportarea la oboseală la temperaturi ridicate a epruvetelor nitrurate ionic după o menținere îndelungată la temperatura ambiantă

Determinările rezistenței la oboseală la temperaturile de 200, 350 și 500°C s-au efectuat pe epruvete din 40Cr10 nitrurate ionic la 520°C/12h, după o menținere la temperatura ambiantă (variantele a precizată) de cca două săptămâni. Curbele Wöhler și variația rezistenței la oboseală sunt redată în fig.6.25 și în fig.6.26.

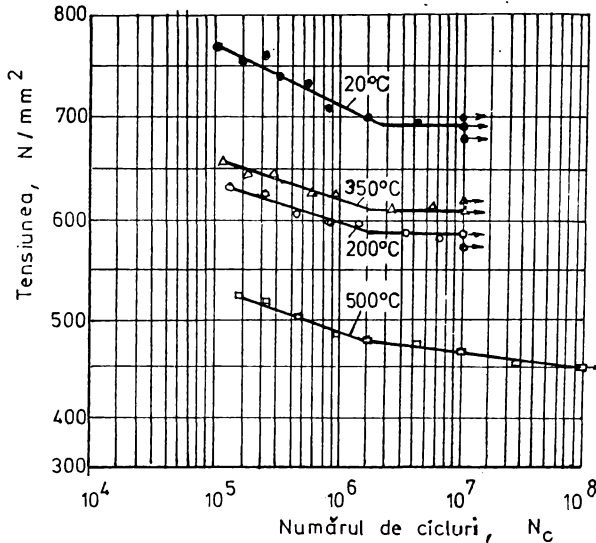


Fig.6.25. Curbele Wöhler pentru oțelul 40Cr10 nitrurat ionic la 520°C/12h, în funcție de temperatura de lucru.

În fig.6.26 s-a transpus din fig.6.24 variația rezistenței la oboseală în stare îmbunătățită (nenitrurată), pentru a evidenția același mod de variație (scădere de la temperatura ambiantă la 200 °C, urmată de o creștere până la 350°C și apoi de o scădere continuă și importantă din punct de vedere valoric) a rezistenței și, în același timp, mărirea acesteia cu 57% la 20°C, cu 41% la 200°C, cu 30% la 350°C și cu 39% la 500°C față de starea îmbunătățită (tabelul 6.3).

Explicația variației rezistenței la oboseală are la bază difuzia azotului, respectiv suprasaturarea feritei, pe de-o parte, și formarea nitrurilor de fier și crom, pe de alta, deci creșterea

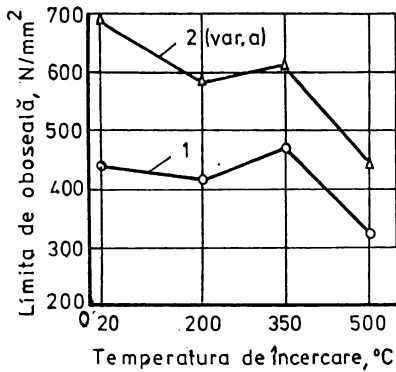


Fig.6.26. Variația limitei de oboseală cu temperatura, în cele două stări ale oțelului 40Cr10 (1-îmbunătățită; 2-nitrurată ionic).

durității, precum și acțiunea celor două mecanisme Snoeck și Cottrell analizate în § 6.4.2. Stratul de difuzie conține, așadar, atât azot dizolvat în soluție cât și separat (precipitat) sub formă de combinații (nitruri), cantitățile respective fiind, conform diagramei de echilibru Fe-N (fig.3.12), în funcție de temperatură.

În același timp, tensiunile de compresiune rezultate în urma nitrurării ionice sunt diminuate, îndeosebi, la temperatura de 500°C, ceea ce explică scăderea vertiginoasă a rezistenței la oboseală la această

temperatură.

Tabelul 6.3. Limite de oboseală a oțelului 40Cr10 în stările îmbunătățită și nitrurată ionic, în funcție de temperatură

Oțelul	Limite de oboseală [N/mm²]								
	Temp. [°C]	20	Creștere %	200	%	350	%	500	%
	Starea								
40Cr10	îmbunătățită	440	57	420	41	470	30	325	39
	nitr. ionic	690		590		610		450	

De asemenea, la temperatura de 500°C și, mai ales, peste această valoare, are loc coagularea (coalescența) și chiar separarea nitrurilor, ceea ce afectează negativ, în primul rând, duritatea stratului nitrurat ionic și, apoi, rezistența la oboseală (limite de oboseală) a oțelului.

6.4.3.2. Comportarea la oboseală, la temperatura ambiantă, a epruvetelor nitrurate ionic și încălzite până la 500°C

Existența unor situații practice de tipul exploatării ciclice a mașinilor cu sarcină termică, având timpi de repaos și fiind solicitate alternant, constituie un exemplu reprezentativ al variantei b (pag.207) și ridică probleme de o deosebită importanță privind comportarea acestora la oboseală, la tensiuni variabile.

Cercetările s-au efectuat pe probe îmbunătățite din 40Cr10, de forma și dimensiunile celei din fig.6.3, care, înainte de încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă, au fost nitrurate ionic la 520°C/12h și, apoi, încălzite la 200, 350 și 500°C, timp de 24 h.

Rezultatele încercărilor de încovoiere rotativă sunt prezentate în fig.6.27 (limita de oboseală este de 620 N/mm², după încălzirea la 200°C, 660 N/mm² la 350°C și 530 N/mm² la 500°C), în care a fost înregistrată și variația limitei de oboseală în var.a, pentru care valorile de temperatură precizate reprezintă tocmai temperaturile de încercare.

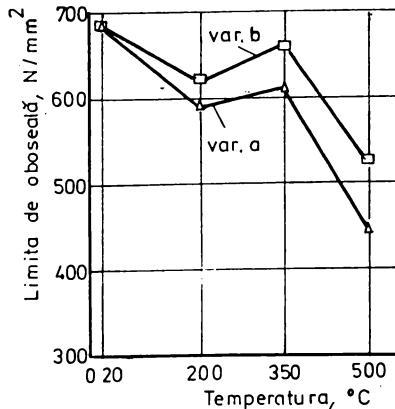


Fig.6.27. Variația limitei de oboseală cu temperatura de încercare (var.a) și cu temperatura de lucru (de încălzire)-var.b, a epruvetelor din 40Cr10 nitrurate ionic.

Pe baza rezultatelor experimentale obținute se fac următoarele constatări:

- un tratament de revenire (de încălzire) aplicat ulterior nitrurării ionice influențează ușor pozitiv rezistența la oboseală la încovoiere rotativă la temperatura ambiantă, datorită stabilității la revenire (la încălzire) îndelungată (24h) a nitrurilor de Cr, a căror cantitate și structură sunt aproape neinfluențate de temperaturile de solicitare și de revenire;

- azotul din stratul de combinație, rezultat prin descompunere, difuzează în adâncime și formează

nitruri, fiind responsabil pentru creșterea, ușor sensibilă, a rezistenței la oboseală la 350°C, atât ca temperatură de solicitare cât și ca temperatură de revenire, creștere explicată și prin cele două mecanisme Snoek și Cottrell.

6.5. Modificări ale caracteristicilor stratului nitrurat ionic prin încălzire la temperaturi ridicate

Curbele de variație a durității în secțiunea transversală a epruvetelor nitrurate, care au fost expuse la temperaturi ridicate cu și fără solicitare alternantă, dau informații asupra proceselor de difuzie a azotului, de precipitare și, respectiv, de durificare a stratului de difuzie.

Microduritatea s-a determinat pe probe prelevate din zona de minimă rezistență (zona de rupere) a epruvetelor nitrurate ionic la 520°C timp de 12 h, încălzite la 200, 350 și 500°C timp de 28h și rupte prin solicitarea la încovoiere rotativă la temperatura ambiantă. După prelevare, cele trei probe au fost rectificat plan-parallel pentru efectuarea măsurătorilor de microduritate și pregătite metalografic. În fig.6.28 sunt trecute rezultatele privind variația durității (gradientul de duritate) în cele trei cazuri de revenire (încălzire) după nitrurare, comparativ cu starea nitrurată

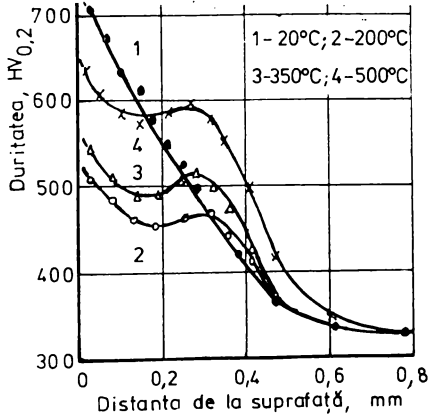


Fig.6.28. Variația durității în starea nitrurată și revenită la 200, 350 și 500°C.

(inițială), și se constată următoarele:

- prin încălzire (revenire) după nitrurarea ionică, duritatea scade linear (scădere aproximabilă printr-o funcție liniară) de la margine pe o adâncime de 0,2-0,25 mm, proporțional cu cantitatea de azot separat din stratul de combinație, urmează o ușoară creștere a durității la adâncimea de 0,3-0,35 mm (creștere aproximabilă printr-o funcție exponențială) ca urmare a difuziei azotului separat, îmbogățirii soluției solide (ferita) și com-

binării acestuia cu Fe și Cr, formând și crescând sensibil cantitatea de nitruri fine, crescând corespunzător și duritatea;

- grosimea stratului nitrurat este și ea influențată de temperatura de revenire, respectiv scade grosimea zonei de combinație la cca jumătate (în fig.6.30, $T_{inc}=200^{\circ}C$, comparativ cu fig.6.29, unde $T_{inc}=500^{\circ}C$), iar grosimea zonei de difuzie crește cu cca 0,1 mm, în același timp având loc și o ușoară coalescența (coagulare) a nitrurilor (fig.6.30), dar încă coerente cu matricea metalică (nitroferita), deci menținerea unei durități relativ ridicate;

- variațiile limitelor de oboseală sunt în strânsă concordanță cu modificările structurale și de duritate în adâncimea de nitrurare, între ele existând o dependență aproximativ liniară;



Fig.6.29. Microstructura stratului nitrurat ionic și revenit la $200^{\circ}C$.



Fig.6.30. Microstructura stratului nitrurat ionic și revenit la $500^{\circ}C$.

- dependența de temperatură a rezistenței la oboseală a oțelului 40Cr10 se bazează, în principal, pe contribuția mecanismelor Snoek și Cottrell, de acționare a atomilor de azot separați prin descompunere din stratul de combinație și difuzați în adâncime;

- stratul de combinație, stabil la temperatura ambiantă, se descompune la încălziri peste $200^{\circ}C$ în nitruri mai sărace în azot și pune în libertate azot atomic ce difuzează accelerat înspre miez;

- examinările stereomicroscopice au scos în evidență caracterul de oboseală al ruperii epruvetelor, mărimea suprafeței de rupere finală fiind în strânsă dependență de valoarea forței de acționare (ruperea din fig.6.31 s-a produs la $F_a=373,6$ N, cea din fig.6.32 la $F_a=327,2$ N), în timp ce numărul de cicluri până la rupere scade cu creșterea forței de acționare; în imediata vecinătate a locului de inițiere a fisurii, suprafața de rupere apare extrem de netedă, chiar lustruită (în fig.6.32 se observă foarte clar această zonă pe stratul marginal nitrurat), ca urmare a contactului repetat al fețelor de rupere adiacentă.

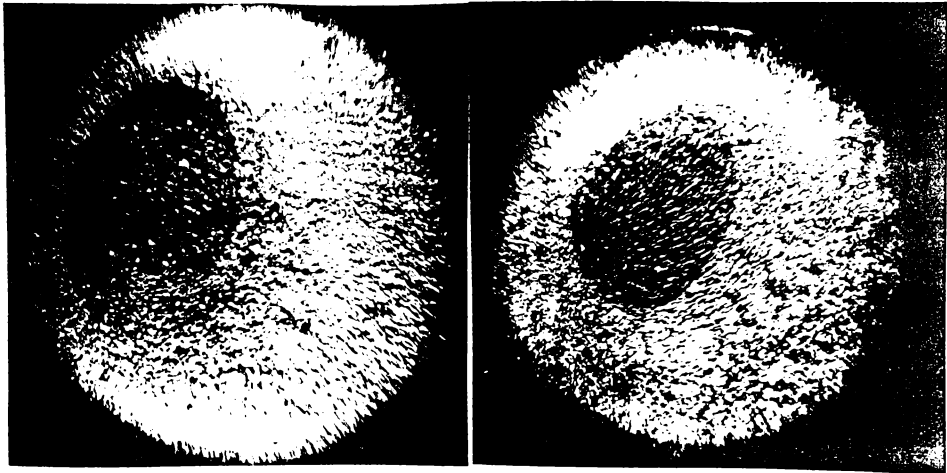


Fig.6.31. Aspectul rupturii epruvetei nitrurate ionic la $520^{\circ}\text{C}/12\text{h}$ și revenite la 200°C . $F_a=373,6$ N. $N_c=1,85 \cdot 10^5$ cicluri

Fig.6.32. Aspectul rupturii epruvetei nitrurate ionic la $520^{\circ}\text{C}/12\text{h}$ și revenite la 200°C . $F_a=327,2$ N; $N_c=1,0865 \cdot 10^6$ cicl.

Ca o concluzie ce se desprinde din cele prezentate, este aceea că, neluarea în considerare a modului de comportare al unui material, în condiții de solicitări variabile la temperaturi ridicate, conduce fie la supradimensionări exagerate (atunci când se adoptă coeficienți de siguranță prea mari care să acopere eventualele scăderi ale caracteristicilor mecanice datorită temperaturii), fie la pericolul ruperilor în serviciu, ca urmare a faptului că, în realitate, coeficienții de siguranță sunt mai mici decât cei calculați fără a se ține seama de influența temperaturii asupra comportării materialului în exploatare.

Cap.7. CONCLUZII FINALE ȘI CONTRIBUȚII PERSONALE

Cercetările teoretice și experimentale efectuate în această lucrare abordează unele aspecte noi, mai puțin sau chiar deloc cercetate atât pe plan intern cât și pe plan extern, legate de influența nitrurării ionice (în plasmă) asupra rezistenței la uzare abrazivă a unor oțeluri de organe de mașini sau de scule, asupra rezistenței la coroziune în diverse medii, rezistenței la șocuri repetate și la oboseală, ultima în condiții de solicitări variabile și la temperaturi ridicate.

Rezultatele cercetărilor efectuate și cu privire la optimizarea tehnologiei de nitrurare ionică, alături de cele obținute în urma diverselor încercări, se înscriu ca o modestă contribuție a autorului la eforturile depuse de către specialiști în domeniu.

În continuare, se prezintă, în sinteză, principalele concluzii legate de rezultatele experimentale, care pot fi utile atât pentru inginerii tehnologi și proiectanți, cât și pentru fabricanții de mașini și scule.

A. Rezultate teoretice și experimentale.

1. Procesul de nitrurare ionică a fost abordat, în principal, din punct de vedere tehnologic, încercările și rezultatele obținute caracterizându-l ca fiind realizabil în condiții industriale.

Referitor la mecanismul și cinetica proceselor (fenomenelor) specifice nitrurării ionice, autorul prezentei teze a proiectat și realizat un echipament pentru studiul influenței hidrogenului asupra morfologiei stratului nitrurat ionic printr-un aport diferit de cel rezultat prin disocierea termică a amoniacului, folosit în tehnologia aplicată, în prezent, pe oricare instalație indigenă sau străină. Acest studiu, însă, n-a făcut obiectul cercetărilor tezei, în care se prezintă, totuși, cele două ipoteze care definesc mecanismul nitrurării ionice, astfel:

- o primă ipoteză (a cercetărilor francezi) ar fi aceea a fixării superficiale a azotului prin implantare, care însă prezintă riscul formării doar a stratului alb (zonei de combinație) saturat

cu azot, zona de difuzie fiind foarte mică sau chiar lipsind, ca urmare a inexistenței hidrogenului (la fel ca la nitrurarea numai în azot sau în amestec de azot-argon);

- ipoteza a doua (lucrările cercetărilor germani) se referă la fixarea interstițială a azotului prin decarburarea suprafeței de către hidrogen sub forma unor hidrocarburi și prin retrodifuzia atomilor pulverizați sub formă de FeN , cea din urmă ipoteză fiind combătută de unii cercetători, care susțin formarea și condensarea pe suprafața pieselor a unor compuși de tipul FeNH_x , ce intră în reacție cu atomii de fier, rezultând, în final, nitrura Fe_4N (γ').

2. Stratul nitrurat ionic este alcătuit din două zone distincte, pentru $T \geq 500^\circ\text{C}$, una albă (de combinație) la marginea piesei, formată, de regulă, din nitrura Fe_4N , mai putând exista și Fe_3N (ϵ), a cărei grosime este în funcție și de durata de nitrurare, și alta, în continuarea celei albe, de difuzie, compusă din nitroferită, Fe_3N și nitruri ale elementelor de aliere ($\text{Fe,Me})_3\text{N}$.

În cazul participării, în procesul nitrurării, a unei cantități mai mari de azot (50% N_2 sau 75% N_2), structura stratului nitrurat ionic conține ambele zone, indiferent de valoarea temperaturii și duratei de nitrurare.

3. Microdunitatea stratului nitrurat ionic este dependentă de principalii parametri tehnologici ai nitrurării ionice (temperatura și durata de nitrurare, compoziția gazului de lucru), dar și de compoziția chimică a oțelurilor. Astfel, ea scade cu creșterea temperaturii, în special, datorită micșorării gradului de coerență al nitrurilor cu matricea metalică și coalescenței acestora, și a duratei de menținere și crește cu creșterea conținutului de azot difuzat și a gradului de aliere, indiferent de procentul de carbon existent în oțel. Dunitățile maxime s-au obținut la oțelurile 39MoAlCr15 (oțel standardizat pentru nitrurare-1190 $\text{HV}_{0,2}$), datorită afinității aluminiului pentru azot, nitrura respectivă fiind foarte dură, și Rp 5 (oțel înalt aliat-1230 $\text{HV}_{0,2}$), dunitatea fiind asigurată, îndeosebi, de nitrura de W, la temperatura de 480°C și la durate de 8-12 h, respectiv de 0,5 h, dunitățile minime rezultând la 560°C și durate de peste 16 h.

4. Grosimea stratului nitrurat ionic este influențată de aceiași parametri (T , τ , % gaz de lucru, % EA), și anume: ea crește

cu mărirea duratei de nitrurare (mai ales) și a temperaturii, ca urmare a îmbunătățirii condițiilor de desfășurare a difuziei, precum și cu conținutul de azot difuzat în adâncime, și scade cu creșterea gradului de aliere, elementele de aliere constituind o frână în calea difuziei azotului (se micșorează coeficientul de difuzie al azotului).

5. Rezultate foarte bune, în ceea ce privește caracteristicile stratului nitrurat ionic (duritatea și grosimea) se obțin și la celelalte oțeluri aliate având conținut mediu de carbon (oțelurile de îmbunătățire), dar și în cazul oțelurilor aliate având conținut scăzut de carbon (oțelurile de cementare), fapt ce combate afirmațiile autorului lucrării [136, pag.58]: "aplicat oțelurilor de cementare, tratamentul termochimic de nitrurare ionică este total ineficient" (!).

6. Grosimea stratului nitrurat ionic a fost determinată, comparativ, prin două metode clasice (metoda măsurării microdurității cu reacția 3.9, metoda metalografică), prin metoda termoelectrică, bazată pe principiul (efectul) Seebeck de determinare a t.e.m. într-un circuit format din două metale diferite, unul fiind proba, și prin metoda analitică, în două variante, una plecând de la ecuația unidirecțională a difuziei, pentru a cărei rezolvare s-a recurs la condiții de univocitate, calculele fiind foarte laborioase, și alta apelând la programul GRAPHER pe calculatorul electronic, program bazat pe metoda celor mai mici pătrate, ajungându-se, în ambele variante, la o "funcție de putere" pentru determinarea grosimii; rezultatele obținute sunt comparabile ca valoare, dar cea mai rapidă și precisă metodă rămâne cea aplicabilă pe calculator.

7. Tenacitatea (fragilitatea) stratului nitrurat ionic se pune numai pe seama durității și constituției acestuia (prezența sau nu a zonei de combinație și tipul nitrurilor formate în acest strat - monofazică - γ' sau bifazică $\gamma' + \epsilon$) și nicidecum pe prezența în strat a atomilor de hidrogen, care deși difuzează în strat, aceștia sunt eliminați prin degazare (absorbție) sub formă de hidrocarburi; cu cât stratul este mai dur, iar zona de combinație este mai groasă și conține ambele nitruri sau, eventual, numai ϵ , atunci stratul nitrurat ionic este mai puțin tenace, chiar fragil, rupându-se la cea mai mică solicitare, metodele îndoirii și răsucirii probelor

fiind cele mai indicate pentru stabilirea tenacității stratului nitrurat ionic.

8. Tensiunile remanente (reziduale) din stratul nitrurat ionic s-au estimat prin analiza röntgenografică, care a stabilit existența tensiunilor de compresiune în strat, datorită modificărilor de volum specific, ca urmare a difuziei azotului și formării de nitruri și nitroferită, și de întindere în miez (sub strat). Nivelul tensiunilor remanente este dependent de temperatura și durata de nitrurare, scăzând cu mărirea acestora.

9. În ceea ce privește rezistența la coroziune a straturilor nitrurate ionic, trebuie precizat faptul că probele nitrurate și menținute timp îndelungat în aer nu s-au corodat la atacul cu o soluție pe bază de acid sulfuric și piatră vântată, respectiv picătura de soluție albăstruie nu și-a schimbat culoarea, deci ionii soluției n-au intrat în reacție cu ionii de fier.

Rezistența la coroziune a straturilor nitrurate ionic în cele două medii analizate (apă și soluție apoasă cu 10% sare) s-a determinat prin metoda gravimetrică (diferența de masă înainte și după corodare) și a fost maximă la regimul de 560°C/16h, deoarece atât zona de combinație (strat alb, neatacat metalografic de nital) cât și cea de difuzie au grosimi cele mai mari.

10. Nitrurarea are efecte pozitive asupra calității (rugozității) suprafețelor, având o rugozitate de max. 1,6 μm (rectificate), cu creșterea parametrilor termotemporalii, datorită pulverizării catodice prin bombardament ionic și eventualei aderențe a particulelor foarte fine de material desprins în cavitățile asperităților (la asperitățile grosolane există pericolul apariției arcurilor electrice, care pot duce chiar la topirea suprafeței).

11. Modificări dimensionale după nitrurare ionică apar datorită creșterii volumului specific al stratului nitrurat și sunt influențate de regimurile aplicate (cu creșterea temperaturii și duratei de nitrurare rezultă variații dimensionale maxime de ordinul micrometrilor), de calitatea (natura) materialelor și de dimensiunile pieselor, dar ele se încadrează, de regulă, în câmpul de toleranță al piesei, în caz contrar, se recurge la superfinisări.

În situația pieselor foarte complexe ca formă, de tipul coliviiilor de ghidare ale șuruburilor cu role, pot să apară abateri de

la formă (de la circularitate) datorită, probabil, modificării proporționalității dintre fluxul de particule și gradientul concentrației de azot la capetele canalelor, pe muchiile acestora, precum și mișcării dezordonate a sarcinilor în câmpul electric creat, apărând șocuri termice variabile, variații inegale de volum, deci o tensionare zonală.

Pieseile cilindrice pline, dacă sunt așezate direct pe inelul de legătură între catozii instalației de nitrurare ionică, devin tronconice, ca urmare a diferențelor de volum specific dintre suprafața de așezare și cea opusă (liberă), respectiv datorită micșorării coeficientului de difuzie al azotului și a mobilității purtătorilor de sarcină (ioni sau electroni), parcursul acestora fiind conturbat, respectiv ei au o mișcare dezordonată în zona de contact piesă-inel.

Prin urmare, indiferent de complexitatea pieselor, acestea se niturează prin așezare sau fixare în dispozitive adecvate.

12. Rezistența la uzare, în general, respectiv la uzare abrazivă, în particular, crește odată cu creșterea durității stratului nitrurat ionic, dar ea depinde și de natura proceselor de frecare (cu ungere permanentă sau periodică, ori fără ungere), de natura suprafețelor care vin în contact (calitate și structură), precum și de mărimea sarcinii ce intervine în procesul de frecare.

Indiferent de natura oțelurilor nitrurate ionic, rezistența la uzare abrazivă, determinată prin metoda gravimetrică pe o instalație cu disc rotativ abraziv, este îmbunătățită chiar față de cea rezultată la nitrurarea gazoasă, prin morfologia și duritatea stratului, și mult superioară (de 2,5-3 ori mai mare) celor obținute în stare antenitrurare (recoaptă, normalizată sau îmbunătățită).

13. Energia de rupere și reziliența în stările normalizată și îmbunătățită față de starea recoaptă au valori mult mai mari datorită structurilor aferente celor două tratamente: perlită lamelară fină și o cantitate redusă de ferită (la normalizare) și sorbită de revenire (la îmbunătățire), care au o comportare mecanică mult mai bună decât cea a structurii poliedrice de ferită și perlită, corespunzătoare tratamentului de recoacere.

Valorile celor două caracteristici după nitrurare ionică sunt mai scăzute (de 1,2-3,3 ori), comparativ cu cele ale stărilor ante-

nitruare, datorită prezenței stratului nitrurat atât la baza creștăturii (foarte subțire) cât și în suprafața de impact, care sunt mai dure (fragile), făcând ca fisura apărută la baza creștăturii să se propage prin acest strat, prin structura neafectată din secțiune (având caracteristicile inițiale) și prin stratul opus ce are o anumită morfologie și duritate, cu o viteză mai mare. La aceeași temperatură, energia de rupere și reziliența scad cu creșterea duratei de nitruare, deoarece crește grosimea stratului (îndeosebi, a zonei de combinație). Cele mai mari valori s-au obținut la regimurile 560°C/8;12h, în stările inițial normalizată și îmbunătățită.

14. Numărul de șocuri repetate până la rupere în toate cele trei stări antenitrurare este mai mare de 1,1-4,5 ori decât cel obținut după nitruare ionică, datorită structurilor mai uniforme pe întreaga secțiune a epruvetelor nenitruate față de eterogenitatea structurii epruvetelor nitrurate ionic (strat alb, strat de difuzie și miez cu grosimi și durități variabile pe secțiune). Numărul maxim de șocuri repetate a rezultat în starea îmbunătățită (11520 de șocuri) față de numai 6250 de șocuri, în starea recoaptă, deci la o structură sorbitică fin dispersată comparativ cu cea ferito-perlitică poliedrică.

După nitruare ionică, numărul șocurilor succesive scade, îndeosebi, cu creșterea duratei de nitruare, respectiv cu creșterea grosimii stratului (zonei de combinație și de difuzie) sau datorită prezenței, alături de γ' , și a nitrurii ϵ (mai puțin tenace), și crește de la starea anterior recoaptă la cea inițial îmbunătățită, așa cum era de așteptat, corespunzător naturii structurii miezului.

În ceea ce privește numărul de șocuri repetate după starea antenitrurare și corodare în apă și soluție, el crește de la starea recoaptă la cea îmbunătățită, ca urmare a diferențelor de structură și proprietăți. După nitruare și corodare în apă potabilă, numărul de șocuri scade, de regulă, față de starea nenitrurată și corodată, deoarece rămâne încă o grosime relativ mare de strat, dar crește după nitruare și corodare în soluție (apă + 10% sare), în urma căreia stratul nitrurat se diminuează considerabil, numărul maxim rezultând la toate temperaturile de nitruare (480, 520 și 560°C) și la 8 h menținere (duritate mare, grosime mică). Toate aceste valori au fost prezentate și în lucrarea [138].

Așadar, nitrurarea ionică poate fi aplicată cu rezultate excelente organelor de mașini și sculelor solicitate intens la uzare, cu unele rezerve, însă, organelor de mașini ce transmit momente de torsiune mari și șocuri importante.

15. Din cele prezentate rezultă că starea antenitrurare cea mai convenabilă din punct de vedere al caracteristicilor mecanice este starea îmbunătățită, eventual normalizată, starea recoaptă nefiind recomandată. Prin urmare, pentru solicitarea la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă și la temperaturi ridicate, epruvetele au fost inițial îmbunătățite.

16. Rezistența la oboseală, la temperatura ambiantă, este direct influențată de parametrii termotemporalii ai nitrurării ionice, creșteri importante ale limitei de oboseală față de starea îmbunătățită obținându-se, pentru oțelul 40Cr10, de până la 58%, iar pentru oțelul 42MoCr11 de până la 56,5%, la regimul de 520°C/8h, creșterea explicată prin precipitarea unor nitruri fine de Cr și/sau Mo, care blochează deplasarea dislocațiilor în rețeaua cristalină a ferritei suprasaturate în azot, deci întârzie inițierea microfisurii. Odată cu mărirea temperaturii, dar și a duratei de nitrurare (creșterea grosimii de strat), limita de oboseală înregistrează o ușoară scădere, ca urmare a micșorării tensiunilor de compresiune, respectiv a coalescenței nitrurilor și a pierderii parțiale a coerenței lor cu matricea metalică (scăderea durității), existând, deci, o grosime și duritate de strat optime, la care se obține o limita de oboseală corespunzătoare.

Nitrurarea ionică este și mai eficientă dacă epruvetele prezintă concentratori de tensiune (de ex., creștături în V), creșterea limitei de oboseală fiind, în aceste cazuri, de până la 104%, pentru oțelul 42MoCr11, și până la 180%, pentru oțelul 39MoAlCr15, ambele oțeluri nitrurate ionic la 525°C/8h [137, pag.34].

Rezistența la oboseală prin încovoiere rotativă la temperaturi ridicate de solicitare, atât în stare îmbunătățită cât și în stare nitrurată ionic, se caracterizează printr-o scădere la 200°C, urmată de o ușoară creștere la 350°C și, din nou, o scădere, dar mai pronunțată, la 500°C. Creșterea rezistenței la oboseală în intervalul 200-350°C este rezultatul acțiunii atomilor interstițiali de carbon (a carburilor), respectiv a celor de azot (a nitrurilor),

care blochează deplasarea dislocațiilor, întârziind astfel inițierea microfisurilor, mecanismul de fixare a dislocațiilor devenind ineficient la $T \geq 500^\circ\text{C}$. Acțiunea alternativă a dislocațiilor cu atomii interstițiali este explicată, detaliat în lucrare, prin intermediul mecanismelor (efectelor) Snoek și Cottrell. Între valorile limitei de oboseală, în cele două stări, există o creștere în favoarea nitrurării ionice de până la 57%.

Tratamentul de revenire (încălzire la 200, 350 și 500°C, timp de 24 h) aplicat ulterior nitrurării ionice influențează, în sens pozitiv, rezistența la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă, datorită stabilității la încălzire îndelungată a nitrurilor de Cr și azotului din stratul de combinație care difuzează în adâncime, formând nitruri, mai mult sau mai puțin fine și coerente cu matricea, efectele Snoek și Cottrell manifestându-se, din plin, și în acest caz.

17. Nitrurarea ionică prezintă numeroase avantaje reieșite din rezultatele reliefate, dar, la prescrierea ca tratament de către inginerul tehnolog, acesta trebuie să se consulte cu inginerul proiectant referitor la natura și nivelul solicitărilor la care sunt supuse piesele (sculele), deoarece nitrurarea ionică are niște limite (precizate și acestea) în aplicare.

B) Principalele contribuții ale autorului

1. Toate rezultatele diverselor încercări, prezentate, în detaliu, în lucrare și, în sinteză, în concluziile 1-17, constituie contribuții importante ale autorului, la care se adaugă următoarele:

2. Pentru studiul participării azotului, în procent mai mare decât cel rezultat prin disocierea termică a amoniacului, în procesul nitrurării ionice, respectiv al rolului hidrogenului în proces, s-a proiectat și realizat în regie proprie un echipament de alimentare separată cu azot și hidrogen, ce constituie o noutate pe plan național.

3. Pentru amorsarea rapidă a descărcării electrice luminescente și pentru a scurta durata operațiilor premergătoare operației propriu-zise de nitrurare ionică și a răcirii finale, s-a proiectat și realizat o retortă specială, care, de asemenea, este o noutate în domeniul construcției de incinte pentru nitrurare, ea având o

capacitate mai mică decât cea existentă în dotarea instalației de nitrurare ionică "NITRION-10" și catodul amplasat în poziție fixă la partea inferioară, deci un tip de retortă "clopot", retorta fiind folosită și la efectuarea unor lucrări de laborator.

4. Metoda de determinare a grosimii stratului nitrurat ionic pe baza efectului termoelectric Seebeck a permis compararea rezultatelor cu cele obținute prin metodele clasice cunoscute și, în același timp, stabilirea unui grad mai mare de precizie a măsurătorilor de grosime de strat.

5. Pentru determinarea rapidă și precisă, pe cale analitică, a grosimii straturilor nitrurate ionic, având în vedere calculul matematic laborios al rezolvării ecuației conducției termice, s-a apelat la programul "GRAPHER", implementat pe calculatorul electronic, el fiind foarte performant.

6. Metoda îndoirii, propusă de autor, pentru determinarea tenacității straturilor nitrurate ionic cu ajutorul dispozitivului realizat în acest sens, permite analizarea influenței regimurilor de nitrurare ionic (a caracteristicilor de strat: duritate și grosime) asupra fragilității straturilor.

7. Modelarea matematică a funcțiilor obiectiv (de răspuns), corespunzătoare tratamentului termochimic de nitrurare ionică (duritate și grosime), cu ajutorul programului de calcul statistic "STATGRAPHICS", care are la bază metoda "experimentului factorial", permite stabilirea unor corelații eficiente între parametrii tehnologici ai procesului (T și τ) și compoziția chimică a oțelurilor, sub forma unor "histograme a efectelor", "curbe de nivel (de răspuns egal)" și "suprafețe de răspuns", pentru oțelurile analizate.

8. S-a studiat influența modului de așezare a probelor și pieselor în instalația de nitrurare, folosind diverse dispozitive.

9. Influența regimurilor de nitrurare, pentru diferite oțeluri, asupra rezistenței la uzare abrazivă s-a analizat pe mașina (instalația) de încercare aferentă, la a cărei execuție a participat și autorul tezei.

10. Încercările pentru determinarea rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă la temperatura ambiantă și la temperaturi ridicate s-au efectuat pe instalația proiectată și realizată de autor, nouă în domeniu, instalație prevăzută cu patru posturi

de lucru, unul pentru încercarea la temperatura ambiantă, al II-lea pentru încercarea la temperaturi înalte, posturile al III-lea și al IV-lea putând avea dublă funcționalitate: pentru încercarea la temperatura ambiantă sau pot fi adaptate pentru încercarea în medii corosive, respectiv la temperaturi negative.

Rezultatele parțiale ale cercetărilor efectuate de autor și prezentate în această teză au fost valorificate în cadrul a 7 contracte de cercetare cu producția [34], [35], [36], [37], [38], [39] și [40], și publicate în 20 de lucrări științifice, elaborate de autor, singur și în colectiv [33], [41], [42], [43], [44], [45], [46], [47], [48], [49], [50], [72], [73], [79], [104], [105], [106] [115], [123] și [138].

C) Extinderea cercetărilor

Pe baza unor echipamente și instalații realizate de autorul tezei, cercetările se pot extinde asupra rolului hidrogenului în procesul de nitrurare ionică și a efectelor produse, în morfologia și caracteristicile straturilor nitrurate, de participarea în cantitate mai mare a azotului în proces, precum și asupra comportării unor oțeluri slab aliate la solicitări variabile în medii corosive și la temperaturi negative, în diverse medii refrigerente, cercetări menite să întregască paleta de rezultate cu aplicabilitate industrială a tratamentului termochimic de nitrurare ionică.

BIBLIOGRAFIE :

1. **Edenhofer B.** - Physikalische und metallkundliche Vorgänge beim Nitrieren im Plasma einer Glimmentladung, Härterei Technische Mitteilungen, 29, 1974, pg.105-112.
2. **Croitoru P., Braic V.** - Nitruarea ionică, procese fizice în descărcarea luminiscentă anormală în atmosferă de azot, Consfătuire pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1978, pg.73-90.
3. **Popescu-Ioviț I., Iova I., Toader E.** - Fizica plamei și aplicații, Editura Științifică și Enciclopedică, București, 1981.
4. **Croitoru P., Braic V., Moldovan C.** - Stadiul actual al realizării instalațiilor industriale de nitruare ionică, Consfătuire pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1978, pg.40-47.
5. **Filep E., Farkas Sz.** - Realizarea unei instalații de nitruare prin bombardament ionic, Ibidem, pg.33-39.
6. **Vermeșan G., Iancău V., Perneș M.** - Unele aspecte privind tratamentele termochimice aplicate pieselor sinterizate din pulberi metalice pe bază de fier, Consfătuirea pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-N., 1988, pg. 207-216.
7. **Udrescu L., Sava M.** - Recherches sur la nituration ionique des pièces de poudre metallique frittée, BST al UT Timișoara, Tom 40 (54), Fascicola 2, 1995, pg.169-174.
8. **Cheșa I., Lascu-Simion N., Mureșeanu C., Rizescu C., Teodorescu M.S.** - Mărci și produse din oțel, Editura tehnică, București, 1989, pg.71.
9. **Parascan O., Dia V., Cudisac P.** - Cercetări experimentale privind nitruarea ionică a unor oțeluri aliate și microaliate, Lucrările Consfătuirii pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-Napoca, 1988, pg.179-192.
10. **Lebrun J.P.** - NITRURATION IONIQUE-Évolution de la technique et applications industrielles, Traitement thermique, nr.216, 1988, pg.15-24.
11. **Leroux C.** - Les procédés de nituration appliqués aux outillages de forge à chaud, Traitement thermique, nr.247, 1991, pg.35-42.
12. **Edenhofer B.** - Vergleich verschiedener Nitrierverfahren unter besonderer Berücksichtigung des Ionitrierens, Ionitrieren, Köln
13. **Edenhofer B.** - Ionitrieren von Stählen und ähnlichen Werkstoffen zur Steigerung der Verschleißfestigkeit bei der Kunststoffverarbeitung, Ionitrieren, Köln.
14. **Edenhofer B.** - Steigerung der Werkzeug-Standmenge durch Ionitrieren, Ionitrieren, Köln.
15. **Köppen H.** - Untersuchungen an ionitrierten Schnecken für Hochleistungs-Aufzugsschneckengetriebe, Ionitrieren, Köln.
16. **Schweer B., Edenhofer B.** - Ionitrieren-Anlagen und Anwendungsgebiete, Sonderdruck aus elektrowärme international, 34, 1976, B 6, pg.298-305.
17. **Rembges W.** - Nitrieren und Nitrocarburieren im Plasma, Expert-verlag, Bremen, 1986, pg.125-184.
18. **Boghici M. ș.a.** - Experimentări privind nitruarea ionică a unor componente ale motoarelor ROMAN-DIESEL, Consfătuire pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1978, pg.25-32.

19. **Albert H. ș.a.** - Preocupări privind introducerea tehnologiei de niturare ionică, *Ibidem*, pg.56-63.
20. **Vitănescu C. ș.a.** - Aplicarea nitrurării la piese din oțeluri de construcție mecanică, *Consfătuire pe teme de tratamente termice*, Tg.-Mureș, 1982, pg.1-18.
21. **Croitoru P. ș.a.** - Tehnologii și instalații industriale de niturare ionică, *Ibidem*, pg.68-75.
22. **Hagiu I.** - Experiența Î.A.P. în aplicarea tehnologiei de niturare ionică, *Lucrările Consfătuirii pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă*, Cluj-Napoca, 1988, pg.55-69.
23. **Georgescu O.** - Observații și rezultate obținute în urma tratamentului de niturare ionică, *Ibidem*, pg.84-88.
24. **Croitoru P., Ruset C.** - Instalații și tehnologii de niturare ionică produse de ICEFIZ, *Ibidem*, pg.131-142.
25. * * * - Prospektele firmei KLÖCKNER IONON GmbH din Germania.
26. **Vermeșan G., Deac V.** - Bazele tehnologice ale nitrurării ionice Editura Universității din Sibiu, 1992, pg.26; 60.
27. **Samoilă C., Ionescu M.S., Drugă L.** - Tehnologii și utilaje moderne de încălzire în metalurgie, Editura Tehnică, București, 1986, pg.261-263.
28. * * * - Prospektele firmei Compagnie des Four Industriels.
29. * * * - Instalații de niturare ionică, ICEFIZ București.
30. **Udrescu L.** - Referatul de doctorat nr.1, martie 1991.
31. **Burakowski T.** - Tendances du developpement de traitement thermique, *Traitement Thermique*, nr. 240, 1990, pg.33-37.
32. **Chandler H.** - Technologies des procedés de traitement thermique en 1990, *Traitement Thermique*, nr.189, 1985, pg.25-30.
33. **Cartiș I., Udrescu L.** - Perspectivele extinderii industriale a nitrurării ionice, *Lucrările Sesiunii de comunicări științifice a Universității "Aurel Vlaicu" Arad*, 1992, pg.110-119.
34. **Truşculescu M., Cartiș I., Mitelea I., Udrescu L.** - Cercetări privind comportarea la niturare ionică a oțelurilor carbon și aliate de construcții și de scule pentru prelucrări la rece și la cald și aşchietoare, *Contract de cercetare nr.134/1983;1984 1985 cu întreprinderea "Electrotimiș" din Timișoara*.
35. **Duma T., Udrescu L.** - Cercetări pentru perfecționarea tehnologiei de fabricație a unor piese pentru utilaje de construcții, *Contract de cercetare nr.32T/3601/1985;1986 cu întreprinderea "6 Martie" din Timișoara*.
36. **Cartiș I., Udrescu L.** - Cercetări privind ridicarea calității prin niturare în plasmă a unor oțeluri și piese din producția Combinatului Siderurgic din Reșița, *Contract nr.84/1988;1989*.
37. **Făc R., Cartiș I., Udrescu L.** - Cercetări privind creșterea durabilității unor piese mecanice prin tratamente termochimice, *Contract de cercetare nr.41T/4343/1988 cu C.S. Reșița*.
38. **Duma T., Udrescu L.** - Cercetări privind îmbunătățirea calității reductoarelor destinate utilajelor de construcții, *Contract de cercetare nr.43T/4167/1988 cu "6 Martie" din Timișoara*.
39. **Cartiș I., Udrescu L.** - Cercetări privind creșterea durabilității unor piese componente ale Dispozitivului de acționare tip DAM, precum și a unor elemente active de ștanțe și matrițe, *Contract nr.76/1988;1989 cu întreprinderea "ELBA" din Timișoara*.
40. **Udrescu L.** - Cercetări asupra calității tribologice a unor materiale folosite în siderurgie și în construcția de mașini, *Contract nr.63/1992 cu ICEM București, Filiala din Timișoara*.

41. Cartiș I., Mitelea I., Udrescu L. - Cercetări experimentale privind nitrurarea în plasmă a oțelului slab aliat 13CrNi30, Sesiunea de comunicări, vol.1, Craiova, 1983, pg.151-156.
42. Cartiș I., Mitelea I., Udrescu L. - Caracteristici mecanice și structurale ale pieselor din oțel 40Cr10 supuse nitrurării ionice, Conferința Națională de Tehnologii Neconvenționale, vol.1 Timișoara, 1983, pg.573-580.
43. Cartiș I., Udrescu L. - Aplicarea nitrurării ionice sculelor de prelucrare la cald executate din VCW85, Consfătuirea pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1986, pg.9-15.
44. Cartiș I., Udrescu L. - Caracteristici mecanice și structurale ale oțelului Rp 5 nitrurat ionic, Simpozionul Național de Studiul Matalor și Tratamente Termice, Ediția a II-a, Iași, 1986 pg.383-388.
45. Mitelea I., Udrescu L. - Technologie de nitruration en plasma des pièces exécutées en acier 21TiMnCr12, Buletinul Științific și Tehnic al IPTV Timișoara, Tom 30 (44), 1985, pg.87-92.
46. Udrescu L. - Catalog pentru oțeluri carbon și aliate de construcție și de scule nitrurate ionic, Institutul Politehnic "Traian Vuia" din Timișoara, Facultatea de Mecanică, Catedra TCM, 1986.
47. Trușculescu M., Cartiș I., Udrescu L. - Studii asupra nitrurării ionice a oțelurilor aliate de construcție, Cercetări Metalurgice, București, 1985, pg.273-277.
48. Trușculescu M., Cartiș I., Udrescu L. - Caracteristici mecanice și structurale ale pieselor din oțeluri aliate de construcție supuse nitrurării ionice, Consfătuirea pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-N., 1988, pg.70-75.
49. Trușculescu M., Cartiș I., Udrescu L. - Le comportement des aciers carbones de traitement, OLC 45 et OLC 60, à la nitruration ionique, Buletinul Științific și Tehnic al Institutului Politehnic "Traian Vuia" Timișoara, Tom 30 (44), 1985, pg.81-86.
50. Cartiș I., Udrescu L. - Influența parametrilor tehnologici și a compoziției chimice a oțelurilor asupra durității stratului nitrurat ionic, Revista de Tratamente Termice, ARTT, Cluj-Napoca, nr.8-9, 1994, pg.9-13.
51. Deac V., Stanciu R. - Vopsea pentru protecția locală a pieselor la nitrurarea ionică, Consfătuirea pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-N., 1988, pg.127-130.
52. Behrisch R. - Sputtering by Particle Bombardement, Topice in Applied Physics, vol.47, Springer-Verlag, 1981.
53. Mc.Daniel E.W. - Collision Phenomena in Ionized Gases, J. Wiley & Sons, New York, 1964, pg.649-654.
54. Keller K. - Steuerbare Oberflächenverfestigung durch Ionitrieren, Das Oberflächen-Härteverfahren für die Behandlung von Maschinenteilen und Werkzeugen aus beliebigen legierten Stahl- oder Gußeisenwerkstoffen, Klöckner, Köln.
55. Cartiș I., Udrescu L. - Tratamente termice, îndrumător pentru lucrări de laborator, Centrul de multiplicare al Institutului Politehnic "Traian Vuia" din Timișoara, 1989, pg.58.
56. Carter G., Colinger J.S. - Ionbombardement of solids, Heineman Educational Books Ltd., London, 1968, pg.28.
57. Croitoru P. - Considerații privind mecanismul de nitrurare ionică, Consfătuirea pe teme de tratamente termice și termochimice, Cluj-Napoca, 1988, pg.143-155.

58. Confente M. ș.a. - Nitruration des aciers par bombardement ionique, Traitement Thermique, nr.84, 1974.
59. Michel H. ș.a. - Etude de la nitruration par bombardement ionique du titane et des alleages de titane, Metallurgie, 10/1972
60. H`de Cateu - Nitruration ionique, Traitement Thermique, 45/1969
61. Lebrun J.P. - Etude de la nitruration par bombardement ionique des aciers inoxydables austenitiques 18-10, T.T., nr.136, 1979.
62. Keller K. - Aufrauung der Oberflächen durch Nitrieren unter besonderer Berücksichtigung des Ionitrierens, Fachberichte für Oberflächentechnik 9, 1971, pg.17.
63. Edenhofer B. - Applications industrielles de la nitruration ionique, Traitement Thermique, nr.80, 1973, pg.31-43.
64. Köppen H. - Under suchungen au ionitrieren Schnecken für Hochleistungs-Aufzugschneck, Sonderdruck aus Technische Überwachung 15, 1974, nr.11.
65. Kölbel J. - Forschung Bergwerkmasch. des Landes Nord-Rhein.-Westfalen, Nr.1555, 1965.
66. Szabo A., Wilhelmi H. - Härterei Technische Mitteilungen, nr. 39, 1984, pg.148.
67. Hudis M. - Study of ion-nitriding, Jour.Appl.Phys., vol.44, nr.4, 1973, pg.1489-1496.
68. Marchand J.L. - Plasma Nitriding, An Analysis of Pysico-Chemical Mechanisms at the Plasma-Solid Interface, ASM a 2nd International Conference on Ion Nitriding-Carburizing, USA, 1989.
69. Brătescu G. - Fizica plamei, EDP, București, 1970, pg.512.
70. Barabassy AL. - Obținerea NH₃ cracat necesar pentru atmosfera de nitrurare prin bombardament ionic, Consfătuire pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1978, pg.64-72.
71. Fry A. - Sthal und Eisen 43, H40, 1923, pg.160.
72. Udrescu L. - Équipement pour alimenter à gas l`installation de nitruration ionique "NITRION-10", Buletinul Stiințific și Tehnic al Univ.Tehnice Timișoara, Tom 39 (53), 1994, pg.258-262
73. Udrescu L. - Installation de nitruration ionique pour les laboratoires "INIL-01", Ibidem, pg.253-257.
74. Cartiș I. - Tratamente termochimice, Ed. Facla Timișoara, 1988.
75. Udrescu L. - Referatul de doctorat nr.3, Timișoara, 1994.
76. Nowack J. - Influence d'addition de phosphore dans les atmosphères de nitruration sur la structure et les propriétés des couches obtenues, Traitement Thermique, nr.259, 1992, pg.29-33.
77. Hombeck F. - Scientific and Economic Aspects of Plasma Nitriding. Klöckner Ionon, The Metals Society, 1984, pg.141-149.
78. Hisler G. ș.a. - Conditions de formation et propriétés des nouvelles couches de combinaison obtenues par nitruration ionique d'aciers, Traitement Thermique, nr.140, 1979, pg.37-43.
79. Udrescu L., Cartiș I. - Influența parametrilor tehnologici și a compoziției chimice a oțelurilor asupra grosimii stratului nitrurat ionic, Revista de Tratamente Termice, ARTT, Cluj-Napoca, nr.8-9, 1994, pg.14-16.
80. * * * - STAS 12160-84, Determinarea stratului nitrurat.
81. Udrescu L. - Materiale și Tratamente Termice, Centrul de multiplicare al U.T. din Timișoara, 1994, pg.313, 361.
82. Farkas Sz. - Comportarea oțelului 18MnCr10 la nitrurarea în plasmă, Consfătuirea pe teme de tratamente termice, Tg.-Mureș, 1982, pg.47-53.

83. **Farbaș N., Varga L.** - Metode moderne de analiză a structurii metalelor și aliajelor, SID, București, 1989.
84. **Udrescu L.** - Referatul de doctorat nr.2, Timișoara, 1991.
85. **Seith W.** - Diffusion in Metallen, Springer-Verlag, 1955, pg.7.
86. **Dulămiță T., Florian E.** - Tratamente termice și termochimice, EDP, București, 1982, pg.337.
87. **Croitoru P.** - Relații generale pentru dependența adâncimii stratului nitruat ionic de temperatura și de durata de menținere, Consfătuirea pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-Napoca, 1988, pg.163.
88. **Farkas Sz., Filep E.** - Comportarea oțelurilor indigene la nitrurarea în plasmă, Ibidem, pg.101-108.
89. **Kidin I.N. ș.a.** - Elektro-himiko termiceskaia abrabotka metalov i splavov, Metallurgiiia, 1978.
90. **Dubus A., Peyre J.P.** - Characterisation of the mechanical properties of plasma nitrided layers on gear and tool steels, A 18-a Conferință internațională de tratamente termice a materialelor, Cobo Hall-Detroit, Michigan, 1980.
91. **Atanasiu C.** - Încercarea metalelor, Editura Tehnică, București 1982, pg.214-223.
92. **Vermeșan G., Iancu D.V., Kovacs Șt.** - Controlul calității stratului nitruat ionic, Consfătuire pe teme de tratamente termice și termochimice în plasmă, Cluj-Napoca, 1988, pg.121.
93. **Keller K.** - Schichtaufbau glimmitrierter Eisenwerkstoffe, Härterei Technische Mitteilungen, 26, 1971, pg.120.
94. **Bally D.** - Difrakția razelor X și a neutronilor, Editura Tehnică, București, 1970.
95. **Poșircă I. ș.a.** - Contribuții asupra determinării pe cale röntgenografică a tensiunilor reziduale de compresiune la oțelurile tratate termochimic, Cercetări Metalurgice, nr.13, București, 1972, pg.313-317.
96. **Somotecan Marioara, Jumate N.** - Nivelul tensiunilor reziduale în stratul nitruat, determinat prin metoda difrakției cu raze X, Simpozionul "Tradiții și continuitate în cercetarea științifică feroviară", Vol.2, București, 1994.
97. **Gâdea Suzana, Petrescu Maria** - Metalurgie și Studiul Metalelor EDP, București, 1983, pg.85-111.
98. **Constantinescu Maria** - Protecția anticorozivă a metalelor, Editura Tehnică, București, 1979, pg.14-73.
99. **Vermeșan Elena, Vermeșan G.** - Procese care au loc la coroziunea produselor tratate termic, SID 82, OID, București, 1988.
100. **Vermeșan Elena** - Cinetica coroziunii oțelurilor OLC 45 și 34MoCrNi16 nitrurate, Conferința de tratamente termice și termochimice cu participare internațională, Cluj-Napoca, vol.2 1992, pg.43-49.
101. **Arzamasov B.N.** - Himiko-termiceskaia abrabotka metalov v aktivizirovannâh gazov sredah, Moskva, Mașinostroenie, 1979.
102. **Montgomery D.C.** - Design and Analysis of Experiments, Ed. John Wiley, New York, 1991.
103. **Taloi D.** - Optimizarea proceselor tehnologice, Editura Academiei, București, 1986.
104. **Trușculescu M., Cartiș I., Udrescu L.** - L'influence de la nitruration sur les dimensions et la qualité des surfaces des pièces traitées, BST al IP"TV" Timișoara, Tom 30 (44), 1985, pg.75-80.

105. **Truşculescu M., Udrescu L.** - Considerații asupra repartiției stratului nitrurat ionic în piesele cilindrice tratate în instalația "NITRION-10", Cercetări Metalurgice, București, 1985, pg.265-272.
106. **Cartiș I., Udrescu L.** - Modalități de reducere a deformațiilor în procesul de nitrurare ionică a unor piese de formă complicată, de tipul coliviilor de ghidare ale șuruburilor cu role, Conferința Națională de Echipamente și Tehnologii noi în construcția de mașini, Craiova, 1987, pg.365-370.
107. **Pavelescu D.** - Tribotehnica, Editura Tehnică, București, 1983.
108. **Iliuc I.** - Tribologia straturilor subțiri, Editura Academiei României, București, 1974, pg.237-247.
109. **Cruđu I.** - Asupra posibilității modelării încercărilor la uzare și a programării pe calculator, Construcția de mașini, nr.11, București, 1980, pg.15-19.
110. **Mocanu D.R. ș.a.** - Încercarea materialelor, vol 1, Editura Tehnică, București, 1982, pg.351-376.
111. **Edenhofer B.** - Standmenge durch Ionitrieren, Werkstatt und Betrieb, Köln, 1976.
112. **Blumenauer H.** - Werkstoffprüfung, WEB, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1978.
113. * * * - STAS 9639-74, Încercarea la uzare pe disc rotativ cu hârtie de șlefuit.
114. **Mitelea I., Farbaș V.** - Influența unor tratamente termice asupra rezistenței la uzare abrazivă a fontei cenușii Fc 250, A X-a Conferință Națională de Tratamente Termice, Tg.Mureș, 1985
115. **Cartiș I., Udrescu L.** - Cercetări privind influența nitrurării în plasmă asupra rezistenței la uzare abrazivă a unor oțeluri slab aliate de construcție, Simpozionul de Studiul Materialelor și Tratamente Termice, Ediția a II-a, Craiova, 1988, pg. 289-296.
116. * * * - STAS 1400-75. Încercarea de încovoiere prin șoc pe epruvete cu crestătură în U.
117. **Dumitru I.** - Cercetări asupra oboselii unor oțeluri supuse la șocuri repetate, Teză de doctorat, Timișoara, 1988.
118. * * * - Prospectele firmei Amsler Otto Wolpert - Werke GMBH.
119. **Buzdugan Gh., Blumenfeld M.** - Calculul de rezistență al pieselor de mașini, Editura Tehnică, București, 1979.
120. **Rusu O. ș.a.** - Oboseala metalelor-baze de calcul, vol.1, Editura Tehnică, București, 1992, pg.19-165.
121. **Cioclov D.** - Mecanica ruperii materialelor, Editura Academiei, București, 1977, pg.153.
122. * * * - STAS 5878-77. Încercarea la oboseală prin încovoiere rotativă.
123. **Cartiș I., Udrescu L.** - Influența nitrurării în plasmă asupra rezistenței la oboseală prin încovoiere rotativă a oțelurilor aliate de construcție 40Cr10 și 41MoCr11, Simpozionul Național de Studiul Metalelor și Tratamente Termice, Ediția a II-a, Iași, 1986, pg.375-382.
124. **Șomotecan M., Rusu V.** - Comportarea la oboseală a unor oțeluri pe bază de Cr-Mo și Cr-Mo-Al nitrurate ionic, Conferința Națională de Metalurgie, București, 1994.
125. **Dieter G.** - Mecanică metalurgică, Editura Tehnică, București, 1972, pg.77.

126. **Laşcu-Simion N.** - Contribuții la stabilirea unei metodologii unitare de calcul la solicitări variabile la temperaturi superioare temperaturii mediului ambiant, Teză de doctorat, Timișoara, 1970.
127. **Alexandrov, B.** - *Тиклесакаа проциности металлов*, Izd. Akad. Nauk, Moscova, 1962.
128. **Laşcu-Simion N.** - Interpretarea rezultatelor încercărilor de oboseală la temperaturi ridicate și posibilități de extrapolare a acestora pentru durate lungi, Cercetări Metalurgice, ICEM București, vol.11, 1970.
129. * * * - High Temperature-High Strength Alloys, Iron and Steel Institute, New York, 1973.
130. **Snoek J.** - *Physica* 8, 1971, pg.711-732.
131. **Cottrell A.H.** - *The Phys.Soc.*, 1978, Rep. Bristol Conf., 1977, pg.30-37.
132. **Brugger H. ș.a.** - *Härterei Technische Mitteilungen* 26, 1971, pg.340-347.
133. **Kochendörfer A.** - *Metallphysik*, Verlag Stahleisen, 1977, pg. 221-271.
134. **Maeder G. ș.a.** - *Precontraintes et traitements superficiels*. CETIM, Nantes, 1991.
135. **Donald A. ș.a.** - *Nitriding: Some problems and theirs solutions* Iron and Steel Institute, Londra, 1975, pg.17-21.
136. **Gălușcă D.G.** - Contribuții privind optimizarea tehnologiilor de nitrurare ionică aplicabile în construcția de organe de mașini, Rezumatul tezei de doctorat, Iași, 1995.
137. **Șomotecan Mărioara** - Comportarea la solicitări variabile a oțelurilor aliate 42MoCr11 și 39MoAlCr15, nitrurate ionic, Rezumatul tezei de doctorat, Cluj-Napoca, 1996.
138. **Cartiș I., Udrescu L.** - Comportarea în medii corosive și la șocuri a oțelului 40Cr10 nitrurat ionic, lucrare comunicată în cadrul "Zilelor academice timișene", Ediția a V-a, Timișoara, 22-24 mai 1997.

* * *

ANEXA I

Fig. 1 . Histograma efectelor
13CrNi30

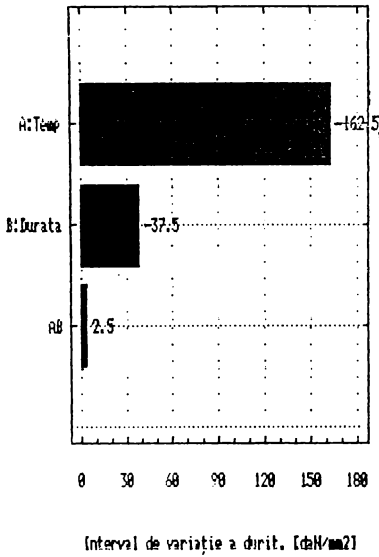


Fig. 2 . Duritatea, HV 0,2
13CrNi30

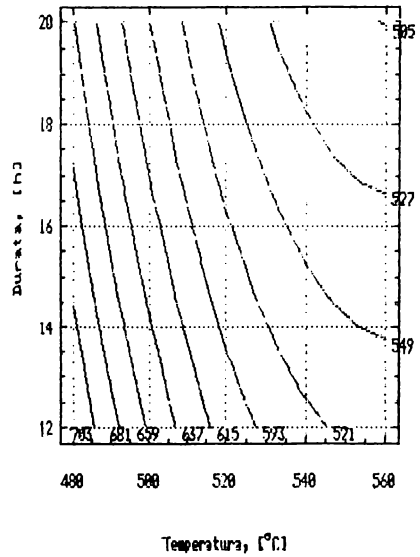


Fig. 3 . Histograma efectelor
13CrNi30

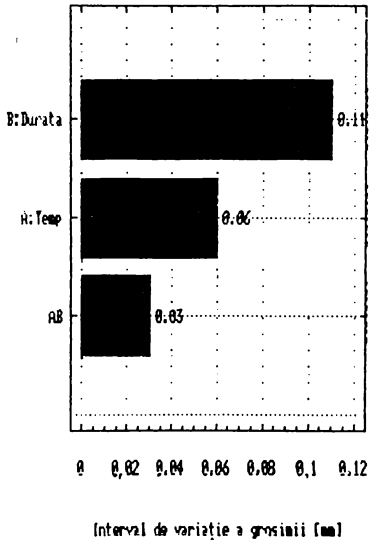


Fig. 4 . Grosimea, d [mm]
13CrNi30

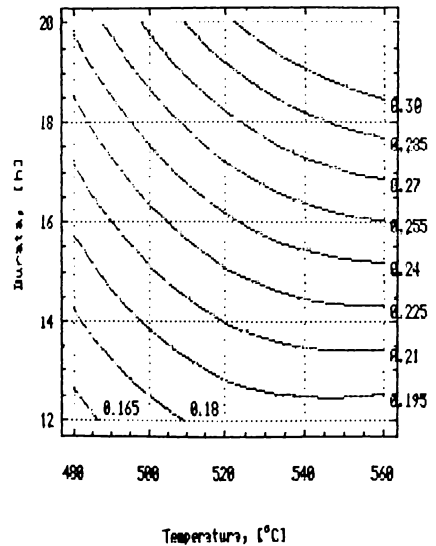


Fig. 5. Histograma efectelor
20TiMnCr12

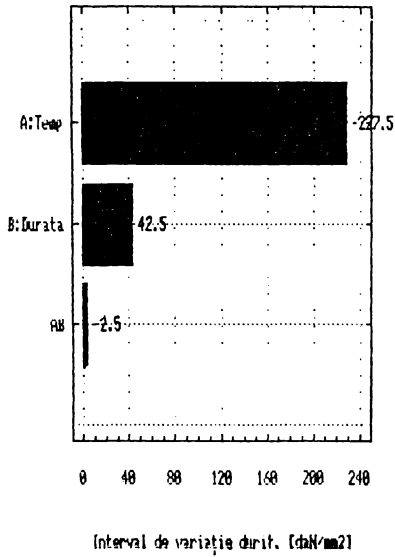


Fig. 6. Duritatea, HV 0,2
20TiMnCr12

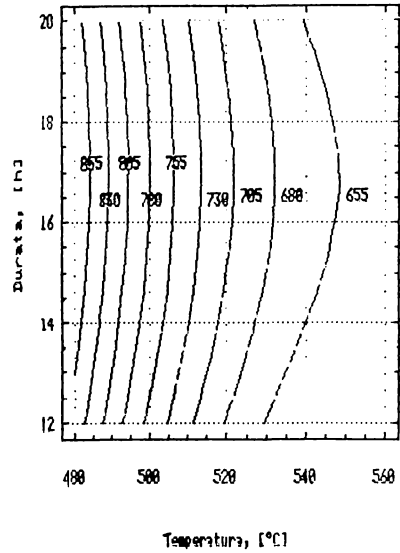


Fig. 7. Histograma efectelor
20TiMnCr12

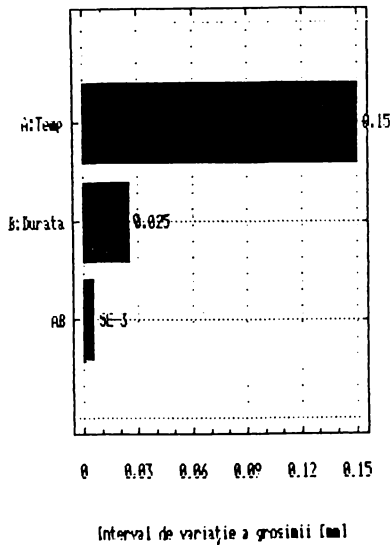


Fig. 8. Grosimea, d [mm]
20TiMnCr12

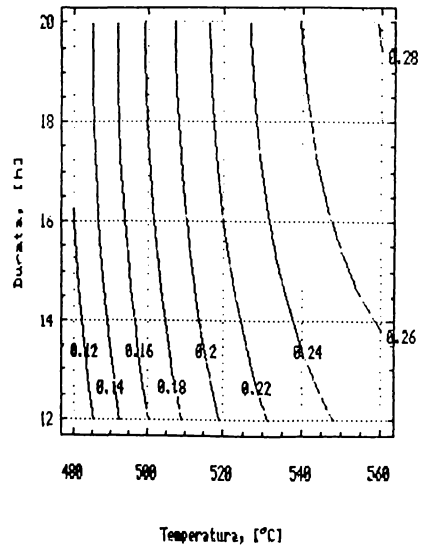


Fig. 9. Histograma efectelor
40Cr10

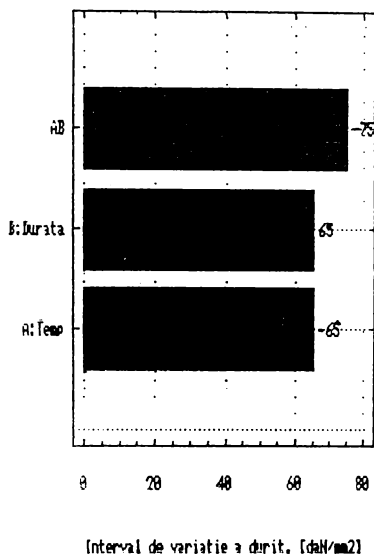


Fig.10. Duritatea, HV 0,2
40Cr10

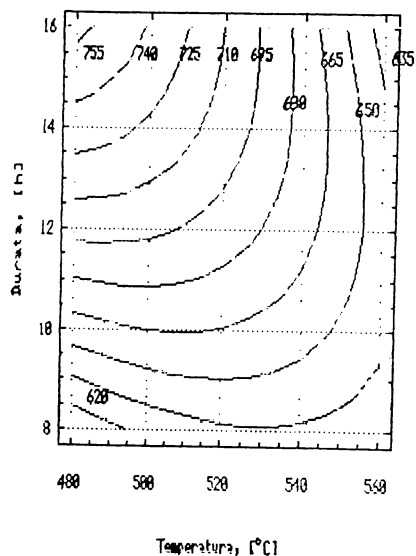


Fig.11. Histograma efectelor
40Cr10

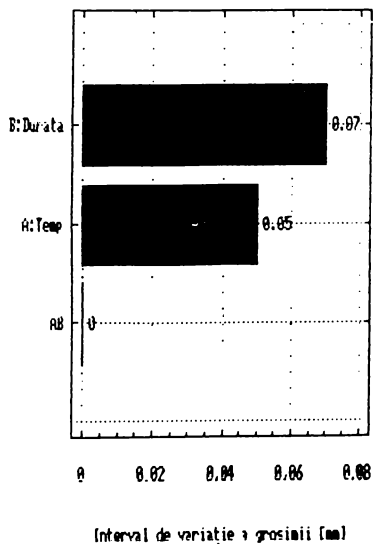


Fig.12. Grosimea, d [mm]
40Cr10

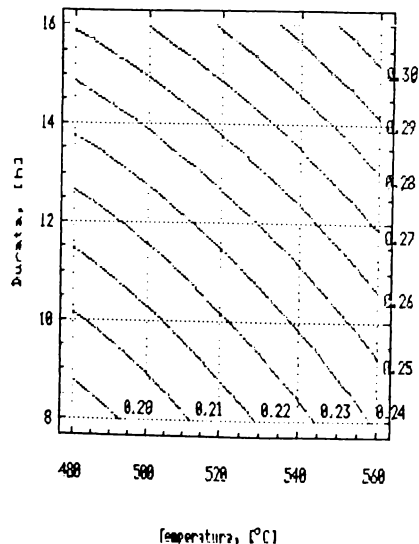


Fig.13. Histograma, efectelor
34MoCr11

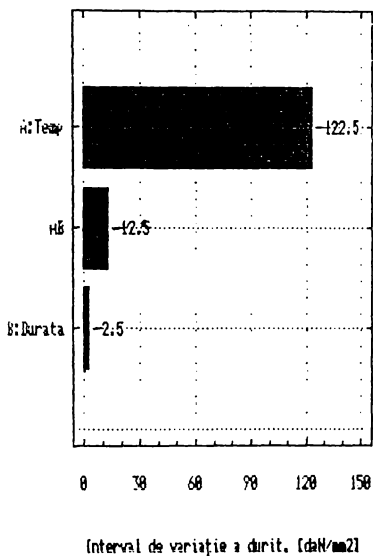


Fig.14. Duritatea, HV 0,2
34MoCr11

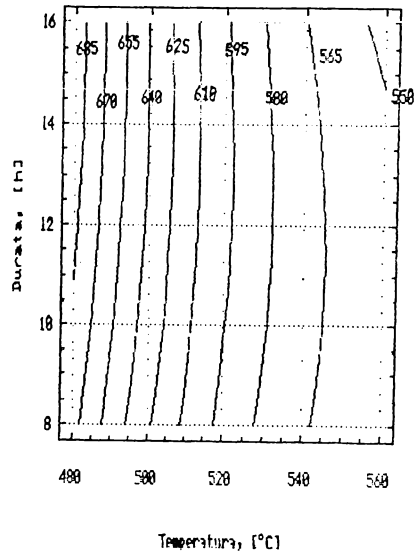


Fig.15. Histograma efectelor
34MoCr11

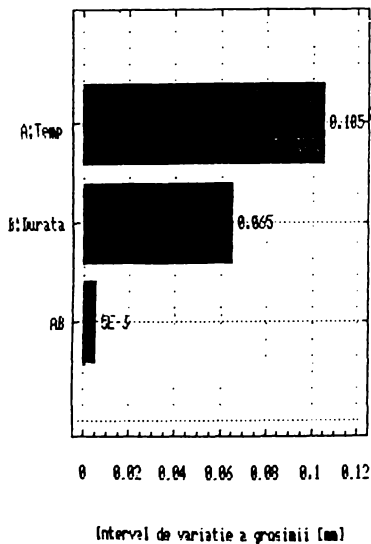


Fig.16. Grosimea, d [mm]
34MoCr11

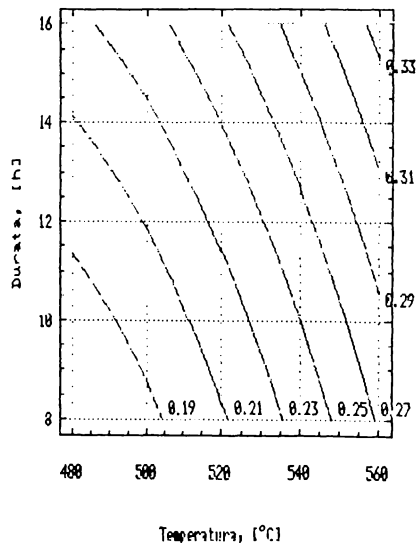


Fig.17. Histograma efectelor
34MoCrNi16

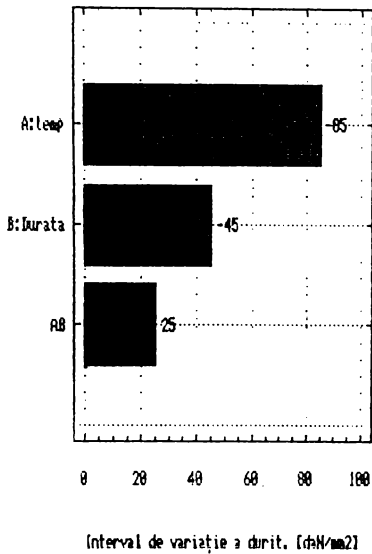


Fig.18. Dunitatea, HV 0,2
34MoCrNi16

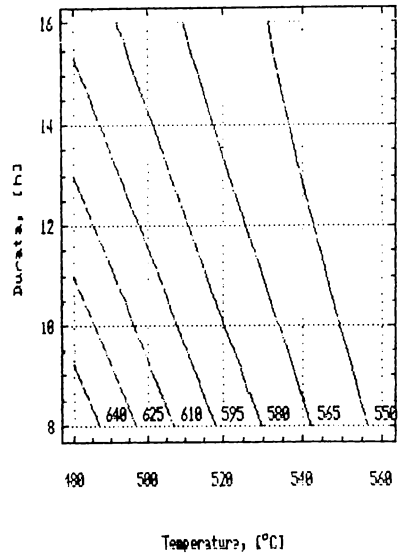


Fig.19. Histograma efectelor
34MoCrNi16

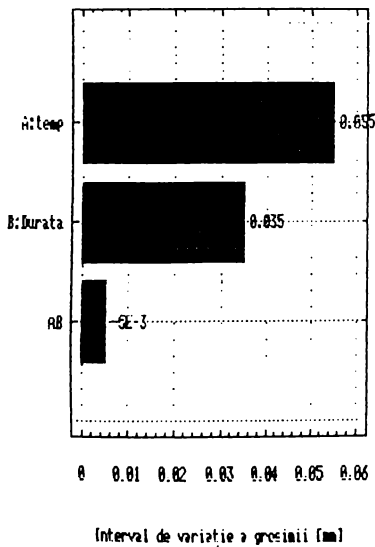


Fig.20. Grosimea, d [mm]
34MoCrNi16

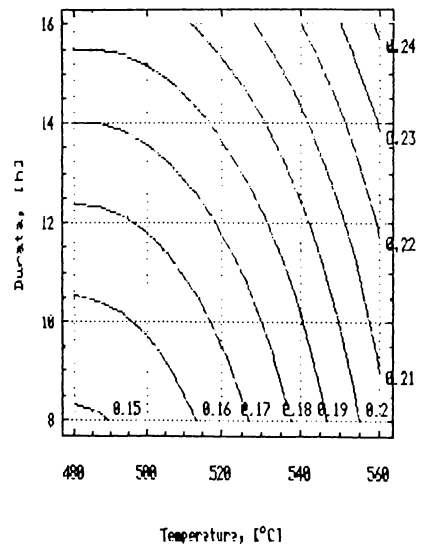


Fig.21. Histograma efectelor
39MoAlCr15

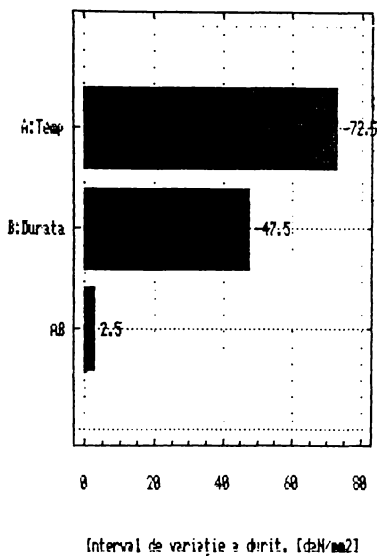


Fig.22. Duritatea, HV 0,2
39MoAlCr15

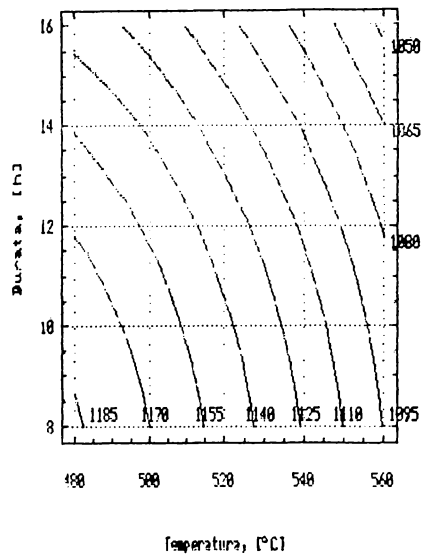


Fig.23. Histograma efectelor
39MoAlCr15

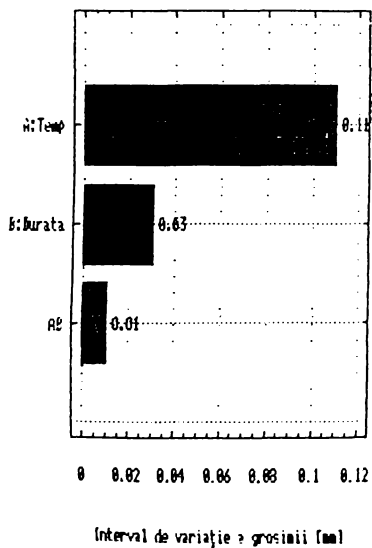


Fig.24. Grosimea, d [mm]
39MoAlCr15

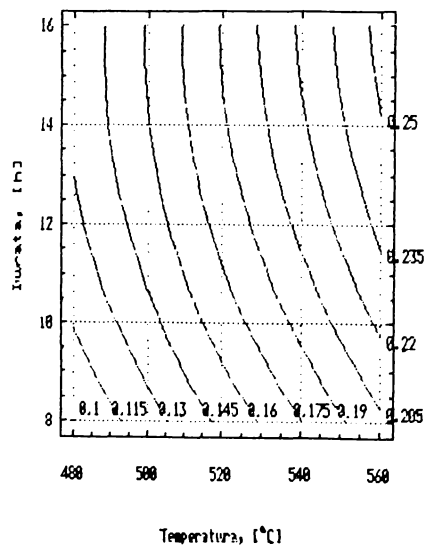


Fig.25. Histograma efectelor
30VCrW85

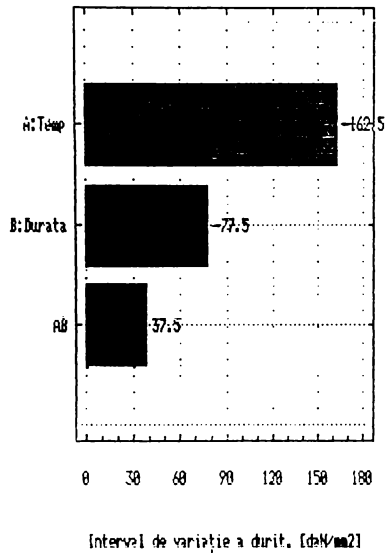


Fig.26. Duritatea, HV 0,2
30VCrW85

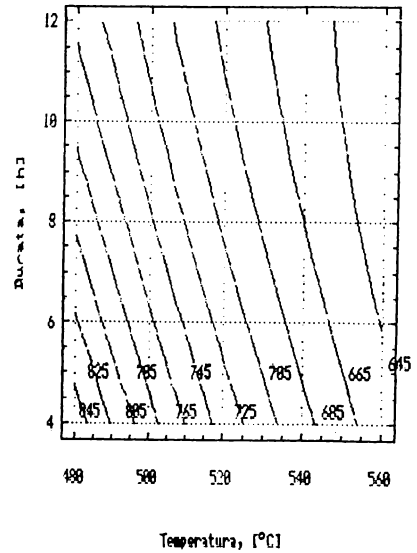


Fig.27. Histograma efectelor
30VCrW85

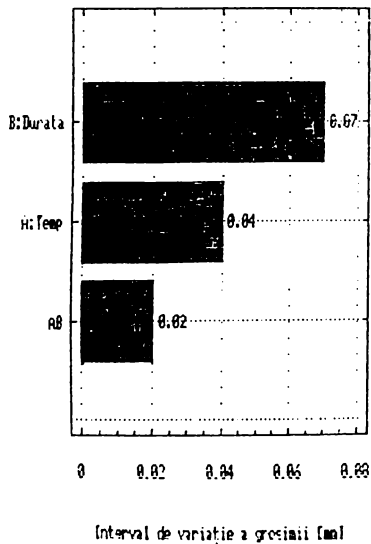


Fig.28. Grosimea, d [mm]
30VCrW85

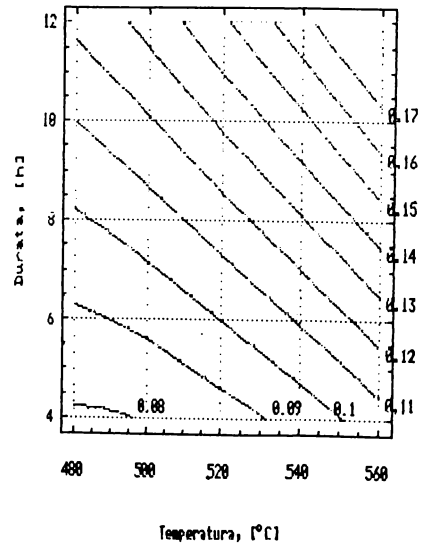


Fig.29. Histograma efectelor
205Cr115

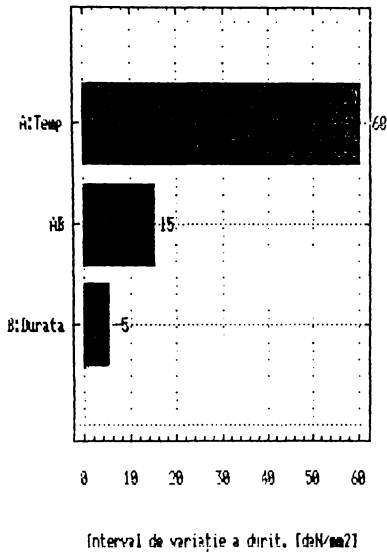


Fig.30. Duritatea, HV 0,2
205Cr115

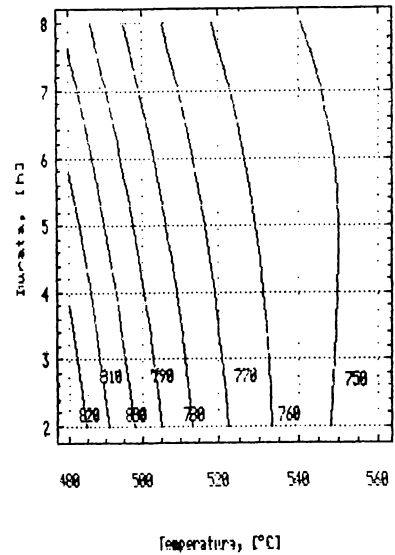


Fig.31. Histograma efectelor
205Cr115

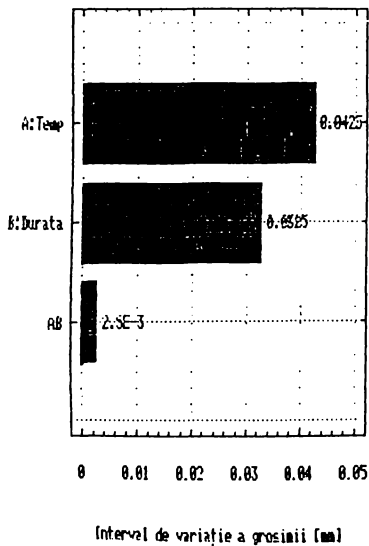


Fig.32. Grosimea, d [mm]
205Cr115

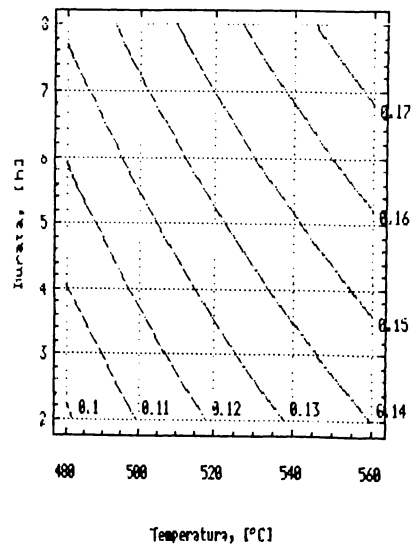


Fig.33. Histograma efectelor
Rp5

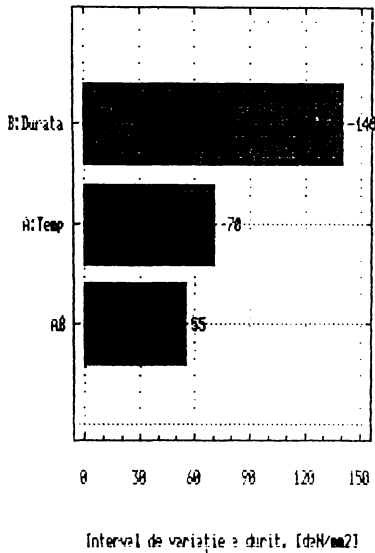


Fig.34. Duritatea, HV 0,2
Rp5

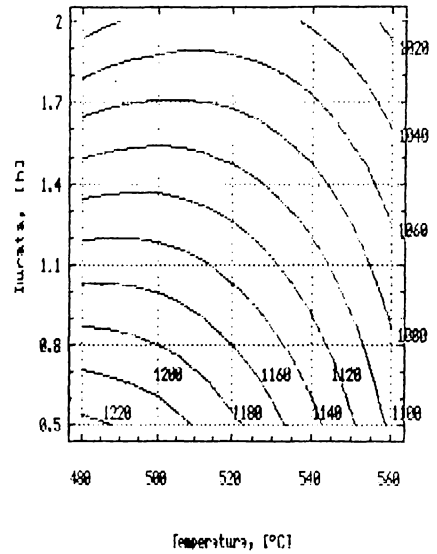


Fig.35. Histograma efectelor
Rp5

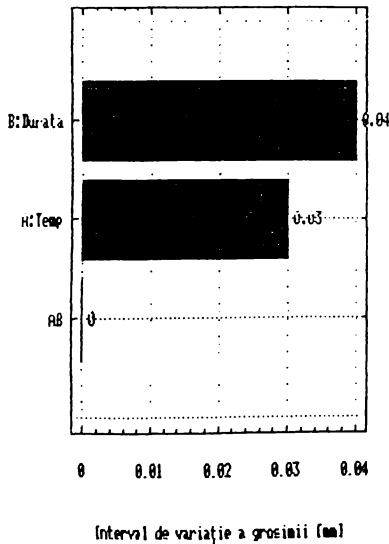
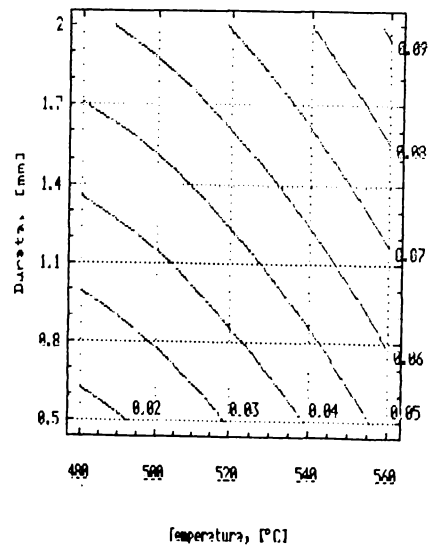


Fig.36. Grosimea, d [mm]
Rp5



A N E X A a II-a



Fig.1



Fig.2



Fig.3



Fig.4



Fig.5



Fig.6



Fig.7



Fig.8



Fig.9



Fig.10



Fig.11



Fig.12



Fig.13



Fig.14



Fig.15



Fig.16



Fig.17



Fig.18

Explicații asupra figurilor:

Fig. 1. Epruvetă recoaptă (R), nitrurată ionic (NI) la $480^{\circ}\text{C}/16\text{h}$ și corodată în apă (C_a) (stânga imaginii conține și stratul nitrurat, iar dreapta - marginea creștăturii).

Fig. 2. R + NI la $520^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Fig. 3. R + NI la $560^{\circ}\text{C}/16\text{h} + C_a$.

Fig. 4. N (normalizată) + NI la $480^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Fig. 5. N + NI la $520^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Fig. 6. N + NI la $560^{\circ}\text{C}/12\text{h} + C_a$.

Fig. 7. Î (îmbunătățită) + NI la $480^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Fig. 8. Î + NI la $520^{\circ}\text{C}/16\text{h} + C_a$.

Fig. 9. Î + NI la $560^{\circ}\text{C}/12\text{h} + C_a$.

Fig.10. R + NI la $480^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$ (corodată în soluție).

Fig.11. R + NI la $520^{\circ}\text{C}/16\text{h} + C_a$.

Fig.12. R + NI la $560^{\circ}\text{C}/16\text{h} + C_a$.

Fig.13. N + NI la $480^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Fig.14. N + NI la $520^{\circ}\text{C}/12\text{h} + C_a$.

Fig.15. N + NI la $560^{\circ}\text{C}/12\text{h} + C_a$.

Fig.16. Î + NI la $480^{\circ}\text{C}/12\text{h} + C_a$.

Fig.17. Î + NI la $520^{\circ}\text{C}/16\text{h} + C_a$.

Fig.18. Î + NI la $560^{\circ}\text{C}/8\text{h} + C_a$.

Notă:

- se observă în unele imagini fisuri transversale dinspre marginea creștăturii spre stratul nitrurat ionic și zone de corodare (de culoare închisă), precum și pașii de propagare a fisurii în urma acțiunii șocurilor repetate.

CURRICULUM VITAE

1. Data și locul nașterii: 28.02.1951, TIMIȘOARA.
2. Studii universitare: 1969-1974, INSTITUTUL POLITEHNIC "Traian Vuia" din TIMIȘOARA, Facultatea de Mecanică, Secția Tehnologia Construcțiilor de Mașini.
3. Activitate profesională: 1975-1978, inginer proiectant la întreprinderea "ELECTROTIMIȘ" din Timișoara; 1979-1990, asistent universitar la catedra de T.C.M.; 1991-prezent, șef de lucrări la catedra de Știința Materialelor și Tratamente Termice.
4. Activitate didactică:
 - cursuri predate: Materiale și tratamente termice pentru utilaj tehnologic textil și minier; Tratamente termice; Cuptoare și instalații de încălzire; Instalații și tehnologii neconvenționale de încălzire; Utilaje și instalații pentru tratamente termice; Ingineria suprafețelor; Selecția și utilizarea materialelor.
 - lucrări publicate: "Riglă (abacă) de tratamente termice" (coautor), 1981; "Tratamente termice"-îndrumător pentru lucrări de laborator (coautor), 130 pag., 1989; "Materiale și tratamente termice" - curs (autor), 393 pag., 1994.
5. Societăți științifice: membru în "ASOCIAȚIA ROMÂNĂ DE TRATAMENTE TERMICE" (ARTT), Cluj-Napoca.
6. Admitere la doctorat: 01.11.1990, specializarea "Deformări Plastice și Tratamente Termice".
7. Prezentare publică a tezei de doctorat: 03.07.1997.