

ЭФФЕКТИВНОСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДА ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ДЛЯ УПРОЧНЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СТАЛИ 13X14H3B2ФР-Ш

¹С.А. Саханько, ²М.Н. Босяков, ¹М.В. Нерода

¹УО «Барановичский государственный университет»
г. Барановичи, Республика Беларусь

²Физико-технический институт НАН Беларуси
г. Минск, Республика Беларусь

В работе приводятся результаты исследования влияния параметров процесса ионно-плазменного азотирования (ИПА) стали 13X14H3B2ФР-Ш на изменения качества поверхности обрабатываемых деталей.

Ключевые слова: ионное азотирование, шероховатость поверхности, тлеющий разряд, катодное распыление

EFFECTIVENESS OF APPLICATION OF THE ION NITRIDING METHOD FOR THE STABILIZATION OF STEEL PRODUCTS 13X14H3B2ФР-Ш

¹S.A. Sakhanko, ²M.N. Bosyakov, ¹M.V. Niaroda

¹Baranovichi State University,
Baranovichi, Republic of Belarus

²Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus,
Minsk, Republic of Belarus

The paper presents the results of the study of the influence of the parameters of the ion-plasma nitriding process (IPN) steel 13X14H3B2ФР-Ш on changes in the surface quality of machined parts

Keywords: ion nitriding, surface roughness, glow discharge, cathode sputtering

Введение

В настоящее время в промышленно развитых странах наметилась тенденция к широкому применению ионного азотирования, как эффективного метода низкотемпературной химико-термической упрочняющей обработки деталей машин, режущего и штампового инструмента [1]. В значительной степени этому способствует создание в ряде стран, в том числе и в Беларуси, высокотехнологичного автоматизированного оборудования для реализации процесса ионно-плазменного азотирования (ИПА), ко-

торое позволяет исключить недостатки, присущие классическому процессу газового азотирования, такие, как длительное время процесса, повышенная хрупкость азотированного слоя и нестабильность получаемых результатов.

Технологическими факторами, влияющими на эффективность ионного азотирования, являются температура процесса, продолжительность насыщения, давление, состав и расход рабочей газовой смеси.

Несмотря на достаточно широкое применение метода ИПА в промышленности, в литературе отсутствуют данные по рассмотрению возможности реализации управления процессом азотирования деталей с точки зрения обеспечения необходимого уровня шероховатости. Как правило, приводятся данные по влиянию способа механической подготовки образцов и состава газовой смеси на глубину азотирования и данные по изменению шероховатости в результате процесса ИПА [1–4]. Это сдерживает расширение номенклатуры азотируемых изделий – особенно это касается изделий с высоким качеством поверхности – шлифованных и полированных. Немаловажным фактором упрочняющей обработки методом ионного азотирования, например, штамповой или литейной оснастки является то, что поверхность таких изделий имеет очень высокую степень чистоты и задачей упрочняющей обработки является, помимо повышения твердости, также и сохранение этой высокой степени чистоты после азотирования. Как известно из [1–4], ионное азотирование изменяет шероховатость поверхности – у деталей, имеющих высокий класс чистоты поверхности, происходит ухудшение качества, а у деталей с низким классом чистоты – наоборот, улучшение качества. Причиной этого является распыление поверхности изделия, которое может произойти как при разогреве садки деталей, осуществляемом в разряде путем ионной бомбардировки поверхности, так и на стадии выдержки, в зависимости от режима обработки. Таким образом, уже на стадии разогрева вследствие распыления поверхности детали ее шероховатость может ухудшиться.

Поэтому одной из задач, которая решалась в данной работе, является выяснение влияния режима разогрева (напряжение, плотность тока, темп разогрева) на шероховатость поверхности. В работе [2] показано влияние предварительной механической обработки поверхности образцов из нержавеющей стали AISI-304 перед плазменным азотированием на изменение шероховатости поверхности после ионного азотирования в различных газовых смесях. Исследовали образцы в виде дисков диаметром 25 мм и толщиной 5 мм. Их поверхности обрабатывали 4-мя разными способами механической обработки: а) зеркальная полировка ($Ra = 0,05$ мкм); б) грубая полировка ($Ra = 0,075$ мкм); в) обработка на токарном станке ($Ra = 0,47$ мкм); г) шлифовка ($Ra = 1,02$ мкм). Затем все образцы отмывали в ацетоне и высушивали. После обработки эксперимент показал, что после плазменного азотирования произошло значительное увеличение шероховатости (рис. 1). В результате исследования было выявлено, что шероховатость поверхности увеличивается с увеличением доли водорода, авторы [2] рекомендуют использовать смесь с высоким содержанием азота.

В работе [3] приводятся результаты изменения шероховатости поверхности сталей 38Х2МЮА и 40Х при ионном азотировании. Сделаны выводы, что при обработке образцов с высокой исходной шероховатостью (1 мкм и более), происходит заглаживание плазменным потоком больших выступов и неровностей поверхности. А в случае обработки поверхности с низкой исходной шероховатостью происходит увеличение шероховатости за счёт формирования на поверхности диффузионного слоя.

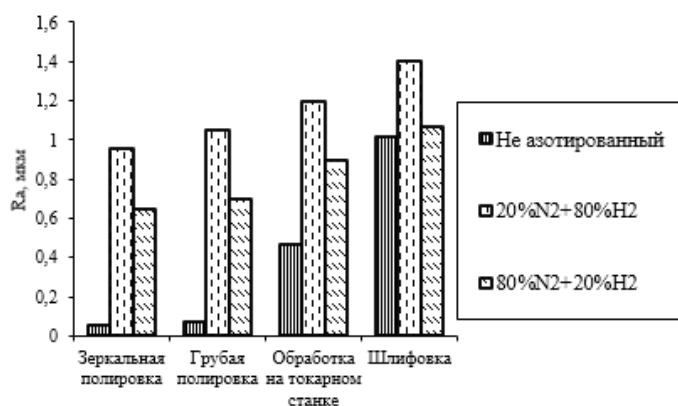


Рис. 1. Шероховатость четырех механически обработанных образцов, не азотированных и азотированных в различных газовых смесях [2]

На основании анализа вышеприведенной литературы можно сделать заключение, что при упрочняющей обработке методом ИПА деталей с низкой исходной шероховатостью поверхности важное значение имеет выбор режима обработки.

Целью настоящей работы является исследование влияния параметров процесса ионного азотирования стали 13X14H3B2ФР-Ш на качество ее поверхности – шероховатость.

Теоретическая часть

Как известно [1], ионное азотирование проводится в тлеющем разряде, причем разряд должен обязательно существовать в форме аномального, что предполагает, существование разряда на всей поверхности садки, а при увеличении мощности разряда происходит рост напряжения и тока. Разогрев катода-садки осуществляется в установках с холодными стенками ионами разряда, а в установках с горячими стенками, имеющими дополнительный резистивный нагрев – и горячей стенкой камеры. Мощность, идущая на разогрев, определяется, как произведение плотности тока разряда j (А/м²) на величину катодного падения потенциала $U_{кпп}$ (В), которая зависит от типа плазмообразующего газа, давления в камере и степени ее загрузки, но всегда меньше приложенного к катоду напряжения. По данным [5], величина катодного падения потенциала составляет порядка 80–90 % от приложенного напряжения. Распыление поверхности осуществляется ионами, которые приобретают энергию в темной катодной области под действием поля катода, проходя эту зону прикатодного пространства без столкновений, т.е. без перезарядки [6]. Следовательно, их энергию можно рассчитать по формуле

$$\varepsilon_i = \hat{E} \cdot \lambda_i, \quad (1)$$

где \hat{E} – напряженность электрического поля в катодном слое [В/м],

$$\hat{E} = U_{кпп} / d_{кпп}, \quad (2)$$

$d_{кпп}$ – толщина слоя катодного падения потенциала [м], λ_i – длина свободного пробега иона в катодном слое [м], т.е. то расстояние, которое ион проходит в катодном слое без перезарядки, приобретая энергию ε_i . В свою очередь, длина свободного пробега является функцией концентрации частиц в разряде, на которых может происходить перезарядка иона и сечения перезарядки, т.е.

$$\lambda_i = 1/n \cdot \sigma_{пер}, \quad (3)$$

где n – концентрация частиц [м⁻³], а $\sigma_{пер}$ – сечение перезарядки [м²]. Таким образом, для расчета энергии иона, который может участвовать в распылении поверхности, не-

обходимо знать следующие параметры разряда: плотность тока, давление, приложенное напряжение и состав плазмообразующей среды.

Плотность тока разряда определяется как отношение тока разряда к площади загруженных деталей и катода. Концентрацию частиц, на которых может происходить перезарядка ионов, можно определить из уравнения состояния $p = nkT$, для расчета остальных величин воспользуемся формулами из [7], приведенными для катодной части тлеющего разряда.

Толщину слоя катодного падения потенциала будем рассчитывать согласно [7] по формуле

$$d_{\text{кпп}} = k \cdot [U_{\text{кпп}}^2 \cdot S_j \cdot (T + 273) / I \cdot p]^{1/3}, \quad (4)$$

где k – коэффициент, зависящий от сорта газа, T – температура катода [°C], S_j – площадь садки и катода [м²], I – ток разряда [А], p – давление [Па]. Значения коэффициента k рассчитывались с использованием данных из [7] и составили: для аргона – $1,73 \cdot 10^{-5}$, для азота – $1,97 \cdot 10^{-5}$ и для водорода – $3,21 \cdot 10^{-5}$. Для определения величины $U_{\text{кпп}}$ воспользуемся приведенными в [5] данными по взаимосвязи $U_{\text{кпп}}$ и значения J/p^2 [А/м²Па²]; при расчете необходимо рассматривать приведенное давление [5]: $p_{\text{прив.}} = p_{\text{изм}} \cdot 300 / (T + 273)$.

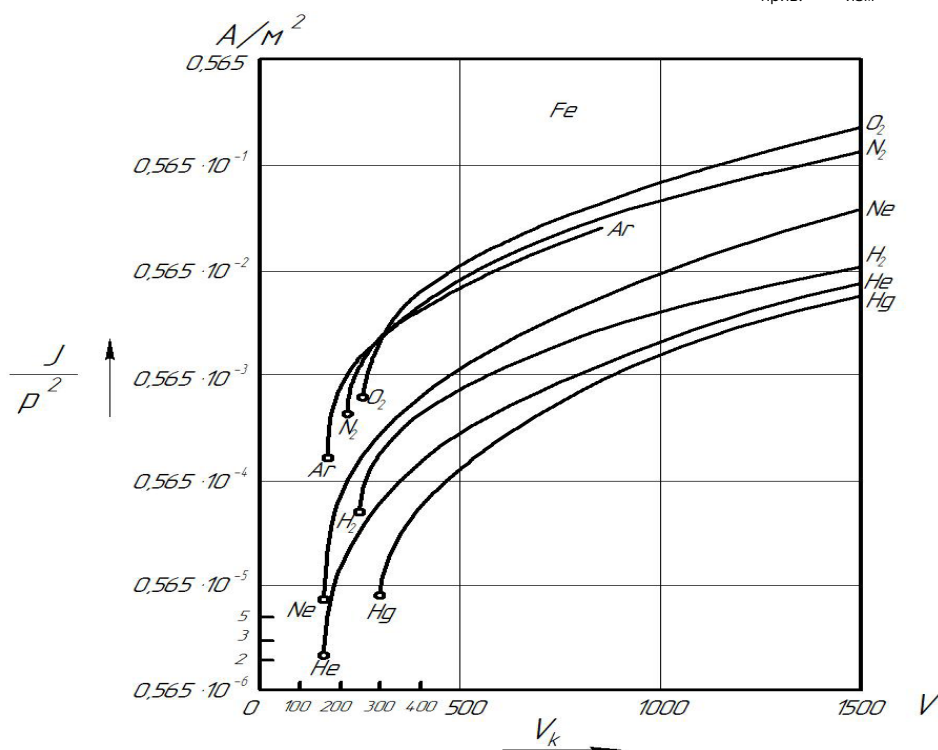


Рис. 2. Зависимость относительной плотности тока J/p^2 от катодного падения V_k для аномального тлеющего разряда на железном катоде. Кружки – величины нормального катодного падения

Из приведенных в [5] зависимостей следует, что каждому значению величины J/p^2 соответствует определенное значение $U_{\text{кпп}}$. Таким образом, из полученного значения величины J/p^2 можно определить $U_{\text{кпп}}$ и далее рассчитать толщину слоя катодного падения потенциала.

Следующим этапом расчетов является определение длины свободного пробега иона в катодном слое. Согласно [8], значения сечения перезарядки для ионов аргона и азота составляют соответственно $2,8 \cdot 10^{-19}$ м² и $3,2 \cdot 10^{-19}$ м², а концентрацию частиц (аргона или азота) можно рассчитать по уравнению, полученному после преобразования

уравнения состояния $p = nkT$ к виду

$$n [\text{м}^{-3}] = 7,26 \cdot 10^{22} \cdot p \cdot N / T, \quad (5)$$

где N – доля азота или аргона в составе смеси газов, p – измеренное давление [Па], T – температура катода [К].

Оборудование и методика исследования

Исследование проводилось на установке ионного азотирования с камерой дверного типа модели УА-25-400/400 производства ФТИ НАН Беларуси, расположенной в лаборатории высокоэнергетических методов упрочнения в Барановичском государственном университете (рис. 3).



Рис. 3. Установка ионно-плазменного азотирования

Установка имеет вакуумную камеру дверного типа с экранной теплоизоляцией, т.е. с «холодными» стенками. Это означает, что температура первого от садки экрана находится в определенной зависимости от температуры садки и ее значение на 100–110 °С меньше температуры садки. Таким образом, можно считать, что камера имеет «пассивную» горячую стенку, температурой которой, как в установках с горячими стенками, независимо управлять нет возможности, т.е. температура внутреннего экрана находится в определенной взаимосвязи с температурой садки, которая определяется мощностью разряда. Рабочие габариты камеры: диаметр катода 400 мм, высота загрузки 400 мм. Технологические возможности установки ионного азотирования позволяют задавать различный режим разогрева – например, на разогреве предельное напряжение на катоде-садке можно задать не выше 350 В, что практически может исключить распыление поверхности при разогреве и, тем самым, должно сохранить исходную шероховатость.

Эксперименты по азотированию проводились следующим образом:

Образцы из стали 13X14H3B2ФР-Ш размером 15 × 10 × 10 мм обрабатывали шлифовальной бумагой с различной зернистостью для получения шероховатости поверхности в диапазоне Ra 0,26–1,31 мкм и вместе с балластными деталями загружали в камеру установки (рис. 3). Процесс азотирования проводился при температуре

500 °С в течение 14 часов, при этом обеспечивались такие показатели процесса, чтобы напряжение разряда не превышало 350 В. Различие в режимах составлял цикл разогрева деталей, который проводился по трем различным алгоритмам:

- стандартный режим: максимальное напряжение – до 650 В, максимальный ток разряда – до 20 А;
- режим пониженного напряжения: максимальное напряжение – не выше 450 В, ток – не более 15 А;
- режим низкого напряжения: максимальное напряжение – не выше 350 В, ток – не выше 10 А.

После выполнения упрочняющей обработки проводили измерения шероховатости участков поверхности образцов на приборе Surtronic 25 производства Taylor Hobson.

Результаты исследования и их обсуждение

Процесс ИПА состоит из нескольких последовательных этапов, характеризующихся определенными технологическими и физическими особенностями. После вакуумирования рабочей камеры до некоторого остаточного давления, на детали-катод подается напряжение (пульсирующее или постоянное) и затем постепенно идет увеличение подаваемой мощности – это процесс очистки деталей ионной бомбардировкой. Для того, чтобы этот процесс протекал эффективно, разрядное напряжение должно быть на уровне 600 В и более. В течение данного цикла (шага или сегмента процесса) происходит зарождение микродуг которые очищают поверхности от остатков моющего средства, окислов и других загрязнений.

График изменения напряжения и тока разряда в процессе цикла очистки приведен на рис. 4.

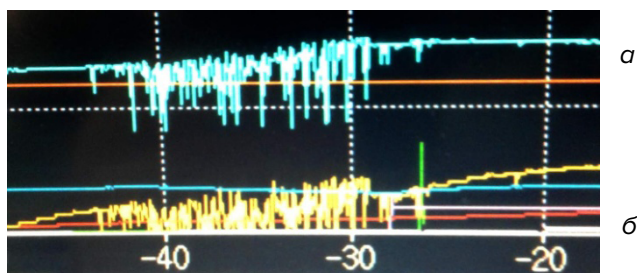


Рис. 4. Изменение напряжения (а) и тока разряда (б) в процессе очистки деталей

Чем меньше на поверхностях детали остатков моющего средства, окислов и других загрязнений, тем меньше времени занимает процесс очистки. После того, как разряд начинает гореть стабильно (т.е. отсутствуют микродуги), в камеру подается плазмообразующий газ и путем постепенного увеличения мощности детали разогреваются до необходимой температуры. Естественно, что чем больше удельная мощность разряда, тем больше интенсивность разогрева деталей. Следует отметить, как указывалось выше, что мощность разряда, идущая на разогрев садки, определяется как произведение плотности тока на величину катодного падения потенциала, которая всегда меньше, чем приложенное к электродам напряжение. Известно, что при ионном азотировании имеет место распыление поверхности, интенсивность которого зависит от величины плотности тока и катодного падения потенциала. [5]. Ионы в катодном слое приобретают энергию только на длине свободного пробега, т.е. когда не происходит их перезарядка на атомах или молекулах [6]. Поэтому, чем выше давление в камере и чем меньше приложенное к катоду напряжение, тем меньшую энергию

могут приобрести ионы и, соответственно, тем менее эффективно будет происходить распыление, а, следовательно, и изменение шероховатости поверхности.

Для оценки степени воздействия ионного потока на поверхность деталей рассмотрим, какова может быть величина ионного потока. Как известно [9], скорость распыления в тлеющем разряде является функцией коэффициента распыления (КР), атомной массы иона, плотности распыляемого материала и плотности тока ионов на поверхность

$$v_p = 6,25 \cdot 10^{25} \cdot j_i \cdot Y_p \cdot A_m / (N_A \cdot \rho), \quad (6)$$

где j_i – плотность ионного тока, А/см²; Y_p – КР материала, ат./ион; A_m – число Авогадро, ат./моль; ρ – плотность материала, г/см³.

Распыление материала начинается после того, как энергия ионов превысит некоторую пороговую энергию – для железа (основа исследуемой стали) пороговая энергия ионов аргона составляет 14–20 эВ [9]. При взаимодействии ионов азота с поверхностью более предпочтительным является процесс диссоциативной рекомбинации и взаимодействия с поверхностью – образованием нитридов железа и легирующих элементов, а также диффузия в глубь металла [8].

С учетом приведенных выше рассуждений, проведем оценку энергии ионов аргона при разогреве и выдержке деталей. Средние значения величины параметра J/p^2 на стадии разогрева в смеси аргона с небольшими добавками азота и водорода (доля аргона – 90 %) в режиме ограничения напряжения на электродах составили $(4,5...9) \cdot 10^{-4}$ А/м²Па², что по данным рис. 2, соответствует значению катодного падения потенциала для аргона 200...250 В при давлении в камере – 130...200 Па. Расчеты показали, что ионы аргона при таких параметрах процесса приобретают энергию в катодном слое на уровне 15,8...21 эВ, т.е. в районе пороговой энергии. Следовательно, качество поверхности при такой обработке должно сохраниться практически в исходном состоянии.

Следует отметить, что обработка образцов в режимах пониженного и низкого напряжения, в силу ограничения максимальных значений тока и напряжения, привела к увеличению длительности разогрева садки до рабочей температуры более чем в два раза по сравнению с базовым режимом.

Полученные данные, отражающие тенденции изменения шероховатости поверхности, сведены в табл. 1, 2 и 3.

Табл. 1

Стандартный режим

Состояние	Шероховатость Ra , мкм						
	Исходная	0,26	0,38	0,45	0,54	0,89	1,12
После ИПА	0,44	0,47	0,51	0,71	0,91	0,97	1,26
Изменение	+ 0,18	+ 0,09	+ 0,06	+ 0,17	+ 0,02	–0,15	–0,05

Примечание: максимальное напряжение – до 650 В, максимальный ток разряда – до 20 А

Табл.2

Режим пониженного напряжения

Состояние	Шероховатость Ra , мкм						
	Исходная	0,26	0,38	0,45	0,54	0,89	1,12
После ИПА	0,37	0,43	0,49	0,63	0,9	1,04	1,28
Изменение	+ 0,11	+ 0,05	+ 0,04	+ 0,09	+ 0,01	–0,08	–0,03

Примечание: максимальное напряжение – не выше 450 В, ток разряда – не более 15 А

Режим низкого напряжения

Состояние	Шероховатость R_a , мкм						
	0,26	0,38	0,45	0,54	0,89	1,12	1,31
Исходная	0,26	0,38	0,45	0,54	0,89	1,12	1,31
После ИПА	0,3	0,4	0,46	0,59	0,89	1,08	1,3
Изменение	+ 0,04	+ 0,02	+ 0,01	+ 0,05	0	–0,04	–0,01

Примечание: максимальное напряжение – не выше 350 В, ток разряда – не выше 10 А

Заключение

1. При обработке образцов в режимах пониженного и низкого напряжения, в силу ограничения максимальных значений тока и напряжения, происходит увеличение длительности разогрева садки до рабочей температуры более чем в два раза по сравнению с базовым режимом.

2. При режиме пониженного напряжения шероховатость поверхности улучшилась на 40–45 %, а при режиме низкого напряжения на 70–80 % относительно стандартного режима обработки методом ИПА. 3.

3. Разогрев деталей в щадящем режиме (максимальное напряжение – не выше 350 В, ток – не выше 10 А) и выдержка при низком напряжении (не выше 350 В) обеспечивают минимальное изменение шероховатости поверхности стали 13X14H3B2ФР-Ш при ионном азотировании.

ЛИТЕРАТУРА

1. Берлин, Е.В. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей / Е.В. Берлин, Н.Н. Коваль, Л.А. Сейдман. – М. : Техносфера, 2012. – 464 с.
2. Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI-304 stainless steel after plasma nitriding / Gajendra Prasad Singh [et al.] // Surface and Coating Technology 200 (2006) 5807–5811.
3. Дробов, А.Н. Влияние ионного азотирования на характер изменения шероховатости поверхности сталей 38X2MЮА и 40X / А.Н. Дробов, А.Н. Моисеенко, О.И. Назарова // Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка : материалы 9-ого Междунар. симпозиума, Минск, 8–10 апреля 2015 г. – Минск, 2015, с. 38 – 44.
4. Rolinski, E. Controlling Plasma Nitriding of Ferrous Alloys / E. Rolinski, G. Sharp // Materials Performance and Characterization, Vol. 6, No. 4 2017, pp. 1–19.
5. Энгель А., Штенбек М. Физика и техника электрического разряда в газах, т. 2, ОНТИ-НКТП, 1936 – 384 с.
6. Жиглинский А.Г. Массоперенос при взаимодействии плазмы с поверхностью / А.Г. Жиглинский, В.В.Кучинский. – М. : Энергоатомиздат, 1991. – 208 с.
7. Левитский С.М. Сборник задач и расчетов по физической электронике, Изд. Киевского ун-та, 1964, 209 с.
8. Пастух И.М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде.– Харьков: ННЦ ХФТИ, 2006. – 364с.
9. Данилин Б.С. Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок / Б.С.Данилин. – М. : Энергоатомиздат, 1989. – 328 с.

REFERENCES

1. Berlin E. V., Koval N. N., Seydman L. A. Plazmennaya chimiko-termicheskaya obrabotka poverkhnosti stal'nykh detaley [Plasma chemical-thermal treatment of the surface of steel parts]. Moscow, Tekhnosfera, 2012. 464 p. (in Russian)
2. Gajendra Prasad Singh J. Alphonsa, P.K. Barhai. P.A. Rayjada, P.M. Raole, S. Mukherjee. Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI-304 stainless steel after plasma nitriding. – Surface and Coating Technology 200 (2006) 5807–5811.
3. Drobov A.N., Moiseyenko A.N., Nazarova O.I. Vliyaniye ionnogo azotirovaniya na karakter izmeneniya sherokhovatosti poverkhnosti staley 38X2MЮA i 40X [The effect of ion nitriding on the character of the change in the roughness of the surface of steels 38X2MЮA and 40X]. Poroshkovaya metallurgiya: inzheneriya poverkhnosti, novyye poroshkovyye kompozitsionnyye materialy. Svarka : materialy 9-ogo Mezhdunar. simpoziuma, Minsk, 8–10 aprelya 2015 g. / Minsk, 2015 pp. 38–44. (in Russian)

4. Rolinski E. and Sharp, G., "Controlling Plasma Nitriding of Ferrous Alloys", *Materials Performance and Characterization*, Vol. 6, No. 4 2017, pp. 1–19.
5. Engel A., Shtenbek M. *Phisika i tehnika elektricheskogo razryada v gazakh* [Physics and Technology of Electric Discharge in Gases], t. 2, ONTI-NKTP, 1936 – 384s.
6. Zhiglinskiy A. G., Kuchinskiy V. V. *Massoperenos pri vzaimodeystvii plazmy s poverhnost'yu* [Mass transfer in the interaction of a plasma with a surface]. Moscow, Energoatomizdat, 1991. 208 p. (in Russian)
7. Levitskiy S.M. *Sbornik zadach i raschetov po phisicheskoy elektronike*. Izd. Kiyevskogo un-ta, 1964, 209 p. (in Russian)
8. Pastukh I.M. *Teoriya i praktika bezvodornogo azotirovaniya v tleyushchem razryade* [Theory and practice of non-hydrogen nitriding in a glow discharge]. Khar'kov: NNTS KHFTI, 2006. 364 p. (in Russian)
9. Danilin B. S. *Primeneniye nizektemperaturnoy plazmy dlya naneseniya tonkikh plenok* [The use of low-temperature plasma for the deposition of thin films]. Moscow, Energoatomizdat, 1989. 328 p. (in Russian)

Статья поступила в редакцию в окончательном варианте 25.05.18