

**Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого**

**Институт «Машиностроения, материалов и транспорта»
Высшая школа физики и технологии материалов**

На правах рукописи

Воробьев Федор Михайлович

**Тема научно-квалификационной работы (диссертации)
«Разработка новых режимов термической обработки с использованием
специализированного оборудования для термической обработки»**

Направление подготовки 22.06.01 «Технологии материалов»

Код и наименование

Направленность 22.16.01_01 «Металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов»

Код и наименование

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

Автор работы: Воробьев Федор
Михайлович

Научный руководитель: доцент, к.т.н.,
Зотов Олег Геннадьевич

Санкт-Петербург – 2021

Научно-квалификационная работа выполнена в Высшей Школе «Физики и технологий материалов» Института «Машиностроения, материалов и транспорта» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Директор ВШ/зав. кафедрой:

- к.х.н. Семенча А.В.

Научный руководитель:

- к.т.н., доцент, Зотов О.Г.

Рецензент:

- Начальник отдела сварки и материалов ООО «РусГазШельф» , к.т.н. Сулягин Р.В.

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

В настоящее время трудно найти сферу человеческой жизни, где не использовались изделия из сталей и сплавов, которые получили свое распространение благодаря широкому спектру свойств металлов, которые материал может менять при использовании различных режимов термической обработки. Постоянно разрабатываются новые сплавы и способы их обработки для увеличения возможностей их использования. Новые, более совершенные материалы заменяют устаревшие, а вместе с ними меняются и методы их обработки.

Все более широкое распространение получают высокоэнергетические методы обработки сталей. Обработка лазерным излучением, пучком электронов, токами высокой частоты, плазменной струей позволяет в значительной степени достичь тех механических свойств материалов, которые не доступны в традиционной печной технологии обработки. Подбор оптимальных параметров обработки, комбинирование различных видов обработки позволяют во многом модифицировать поверхностные свойства сталей, позволяя повышать их твердость, коррозионную и абразивную стойкость, что дает возможность использовать их для новых перспективных применений.

Цель и задачи исследования

Целью настоящей работы является исследование и сравнение методов высокоэнергетической термообработки, их возможных дефектов и недостатков, а также изучение возможностей их использования, комбинирования, улучшения, для подбора наиболее выгодных параметров их использования.

Задачи, поставленные в данной работе:

1. Анализ существующих методов термообработки.
2. Выявление различий и особенностей, а также сравнение различных методов обработки металлов
3. Исследование возможностей улучшения, взаимодействия текущих методов обработки
4. Разработка новых методов термической обработки с использованием специализированного оборудования для термической обработки.
5. Изучение свойств материалов полученных в результате термической обработки новыми методами.

Теоретическая и практическая значимость

Теоретическая значимость данной работы заключается в комплексном анализе имеющихся данных о процессах, протекающих в материалах в ходе термической обработки и полагается на детальное изучение поведения механических свойств и структуры металлических изделий в ходе их эксплуатации.

Практическая значимость заключается в проведении ряда лабораторных испытаний для прогнозирования получаемых свойств исследуемого металла в ходе обработки. Прикладная часть работы включает результаты механических испытаний, металлографических и электронно-микроскопических исследований, а также математические расчеты, направленные на формирование стратегии и проверку выдвигаемых гипотез данного исследования.

Публикации

Результаты проведенных исследований отражены в 2 научных публикациях в журналах, входящих в наукометрическую базу Scopus/ВАК

Представление научного доклада: основные положения

Обработка токами высокой частоты

Воздействие токами высокой частоты широко используется для закалки материалов. Этот вид обработки используется для объемной закалки, поскольку метод легко масштабируется и его можно легко автоматизировать.

В общем виде, обработка с использованием токов высокой частоты (ТВЧ) основана на формировании магнитного поля в индукторе при прохождении через него токов высокой частоты и повышении температуры обрабатываемых изделий в результате возникновения вихревых токов в объеме металлического материала. Глубина проникновения поля в деталь существенно зависит от частоты и, соответственно, изменяя данную характеристику можно управлять глубиной обработки. Стоит отметить, что данный вид обработки можно условно отнести к поверхностному, поскольку глубина обработки ограничивается диапазоном применяемых частот. Считается, что глубина обработки определяется толщиной скин-слоя, которая обратно пропорциональна частоте $\delta \sim \omega^{-0.5}$. Поэтому стремятся сделать частоту обработки максимально возможно низкой.

Сравнивая ТВЧ нагрев с печным нагревом важно отметить, что выделение тепла производится непосредственно в самой металлической детали. При этом сам процесс нагрева производится с существенно более высокими скоростями в силу высокой концентрации энергии.

Наиболее часто ТВЧ-обработку, ассоциируют с закалкой токами высокой частоты. В таком способе обработки варьируют два основных параметра: глубина закалки и твердость.

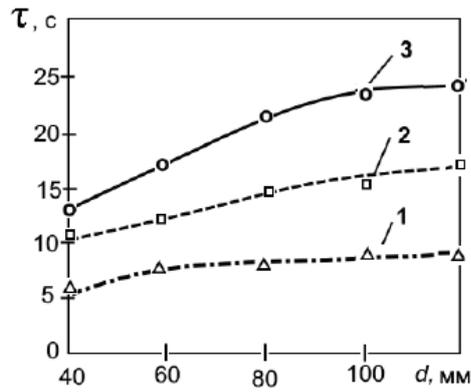
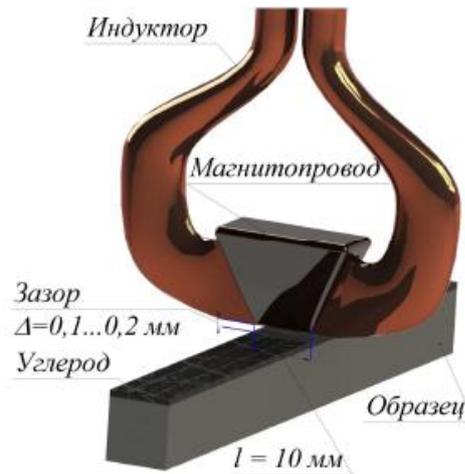
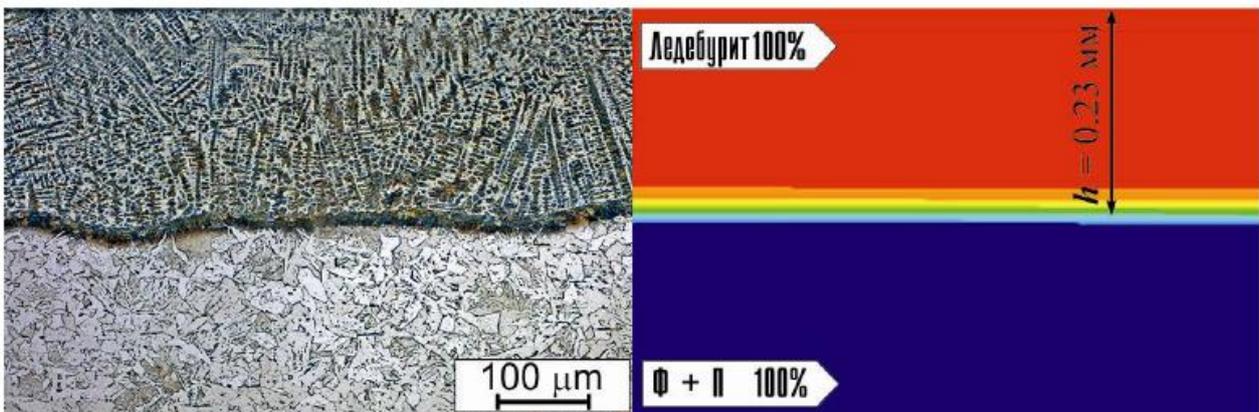


Рисунок 1 – Взаимосвязь между временем нагрева τ , диаметром детали d и толщиной слоя упрочнения

ТВЧ нагрев может использоваться как для массивных стальных деталей, так и для обработки порошковых материалов.



а)



б)

в)

Рисунок 2– Схема обработки стали 20 токами высокой частоты (а); оптическая микрофотография стали 20 после обработки (б) и картина, полученная после моделирования структурно-фазовых превращений (в)

Эмпирические исследования свидетельствуют о том, что повышение скорости охлаждения и температуры нагрева вызывает рост твердости. Можно выделить аналогичные зависимости и для предела прочности на растяжение.

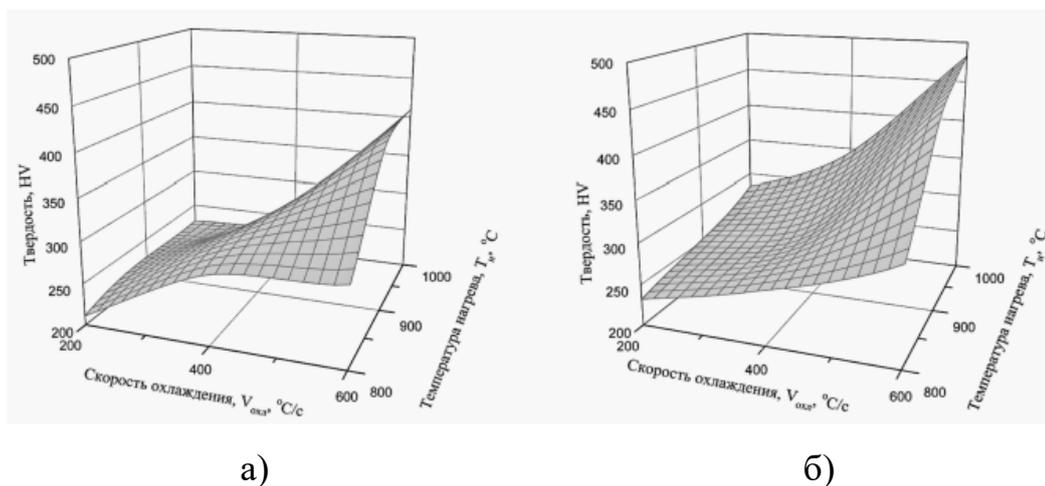


Рисунок 3 – Зависимость твердости от температуры нагрева и скорости охлаждения материалов СП100-2 (а) и СП100Д2,5-2(б)

Обработка лазерным излучением

Если рассматривать воздействие лазерного излучения для закалки сталей, то в отличие от закалки с использованием токов высокой частоты, лазерная закалка не требует отпуска и при этом остаточные деформации практически отсутствуют при данном способе. В то же время, данный метод воздействия можно преимущественно отнести к поверхностным, так как глубина его проникновения крайне низкая и соответственно требуется тщательная очистка поверхности от следов коррозии и загрязнений.

Лазерная обработка может проводиться в пульсирующем или непрерывном режиме. Основными параметрами обработки являются длительность импульса лазерного излучения и удельная мощность лазерного излучения.

Было установлено, что повышение мощности излучения с 350 до 550 Вт

приводит к росту микротвердости в 2-2,5 раза. Повышение мощности излучения выше 550 Вт можно рассматривать, как нецелесообразное, поскольку оно приводит к оплавлению поверхности и не повышает эксплуатационные характеристики. При этом кратность обработки, как один из основных технологических показателей слабо влияет на микротвердость. Исследования трибологических свойств показали рост коэффициента трения в три раза при повышении мощности излучения.

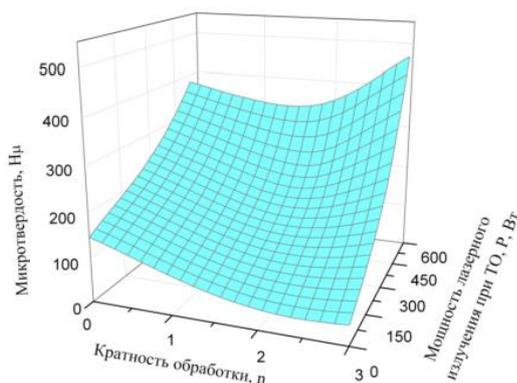


Рисунок 4 – Зависимость микротвердости от кратности обработки и мощности лазерного излучения

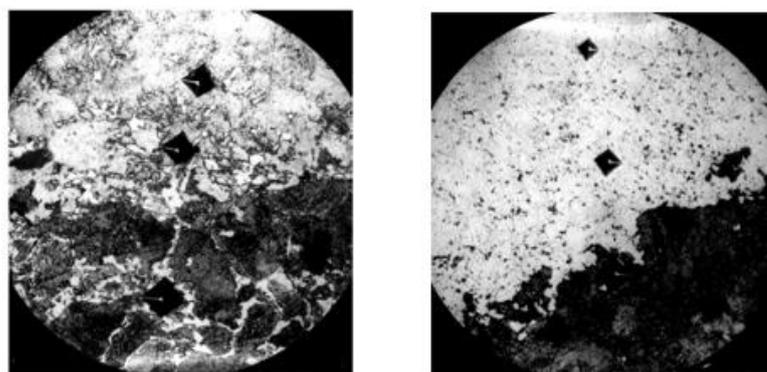
Помимо лазерной закалки широкое распространение получила лазерная наплавка. Для проведения наплавки используются диодные, газовые и твердотельные лазеры с мощностью 3-6 кВт. Основным ограничением данного вида обработки является низкая площадь поверхности обрабатываемых деталей. Кроме того, для проведения обработки необходимо предусматривать различные дополнительные устройства для подачи наплавочного порошка, фокусировки и формирования луча и т.п. В последнее время широко распространены работы по использованию волоконных лазеров для осаждения стальных порошков на различные тугоплавкие основы.

Плазменная обработка

Плазменная закалка способствует образованию более высокодисперсного мартенсита в форме пластин, что так же определяет более высокую твердость материала по сравнению с наплавкой и ТВЧ закалкой. Считается, что получение

мартенсита в системе Fe-C возможно в том случае, если скорость охлаждения выше некоторой критической величины 50-200°C/с. Плазменная закалка позволяет достичь крайне высоких скоростей нагрева и охлаждения, которые могут достигать 10^6 °C/с. Стоит отметить, что с точки зрения термодинамики в стали после плазменной закалки присутствуют те же структуры, что и при любой другой закалке, но существенно меняются некоторые характеристики таких фаз, повышается степень дисперсности, растет плотность дислокаций. В конечном итоге такие материалы обладают более высокой твердостью.

При таком воздействии в стали образуется зона плазменного воздействия, подразделяющаяся на переходную и закаленную зоны. Такое строение и образование высокодисперсного мартенсита обеспечивают повышение твердости на 20-30% по сравнению с технологией объемной закалки.



а)

б)

Рисунок5 – Микрофотографии поверхности переходной зоны в стали после плазменной модификации (увеличение x400)

а – 50ХН; б – М76

Достаточно интересным способом модификации сталей, который можно так же отнести к плазменным, является метод микродуговой обработки. Изделие помещается в контейнер с каменным углем и нагревается электрическим током. Протекание электрического тока вызывает образование микродуг, которые разогревают изделие и интенсифицируют процесс обработки. Процесс также широко применяется для ванадирования, в таком случае применяют обмазку

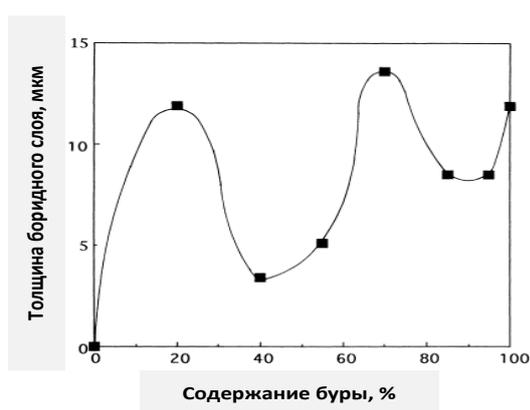
NH_4VO_3 . Процесс проводится при 1250°C , плотности тока $0,53 \text{ A}/\text{cm}^2$ и продолжительности 3 мин.

Азотирование и борирование в плазме

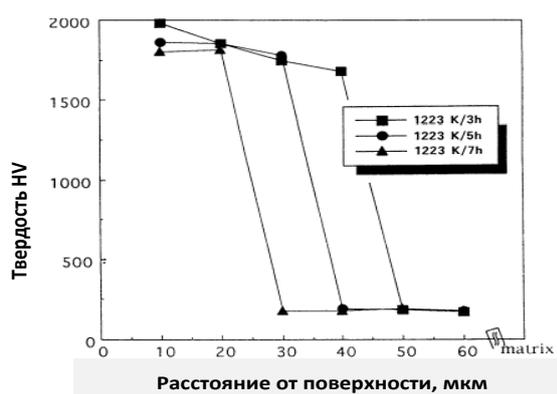
На сегодняшний день широко распространено внедрение различных элементов при плазменной обработке сталей: борирование, азотирование и т.п.

Было установлено, что толщина боридного слоя в значительной степени зависит от состава пасты для борирования. Наиболее толстый слой был зафиксирован при содержании 20 масс.% и 70 масс.% буры. При этом использование чистого бора для борирования не приводит к успешным результатам в силу высокой температуры плавления. С другой стороны, для технологических целей наиболее целесообразным является использование смесей для борирования с максимально низким содержанием бора, так как его стоимость достаточно высокая.

При увеличении концентрации буры происходит образование боридного слоя только начиная с концентрации 20 масс.%. Считается, что в плазме тлеющего разряда при разложении буры образуются ионы B^+ , которые диффундируют в металл и взаимодействуют с поверхностью, образуя боридный слой при реакции с железом.



а)



б)

Рисунок 6 – Зависимость толщины боридного покрытия от содержания буры (1,5 ч, 1123 К) (а) и зависимость твердости от расстояния до поверхности (б)

Азотирование приводит к образованию ϵ -фазы типа $(Fe, Me)_2N_2$, где металлом является легирующая добавка. Помимо образования фаз нитридов, в стали образовывались также карбиды и карбонитриды. В ходе экспериментов было установлено, что азотирование неодинаково влияет на поведение стальных пластин в различных режимах обработки. Для операций обработки резкой оптимальная структура стали должна быть представлена мартенситом с низким содержанием ϵ -фазы и нитридов легирующих элементов (W, Mo, Cr, V). Оптимальная толщина нитридного слоя – 50-55 мкм. В то время как для фрезерования такая величина должна составлять 30-35 мкм.

В некоторых работах плазменное азотирование, которое обычно проводят в газовой фазе, комбинируется с жидкофазной обработкой. Плазменная нитрокарбидизация широко применяется для многих сталей и образование карбонитрида железа $\epsilon\text{-Fe}_2\text{-3(N,C)}$ улучшает механические свойства поверхности. Такие процессы проводятся в плазме тлеющего разряда при давлении около 500 Па. При этом твердость сталей значительно зависит от параметров обработки, главным образом, давления.

Наряду с процессами азотирования, бромирования и многими другими, которые уже можно считать относительно традиционными, осаждение плазменных покрытий полимеров так же является одним из перспективных методов модификации свойств поверхности сталей.

Плазменные процессы нанесения покрытий

Для защиты от коррозии с использованием плазменной полимеризации. стальные детали подвергали плазменной очистке, затем проводили полимеризацию *in situ*. Для первого процесса использовали смесь аргон/водород для удаления поверхностных загрязнений и оксидов железа. Физико-химические методы анализа показали образование связей Fe-Si, Fe-C, Si-C на границе раздела фаз.

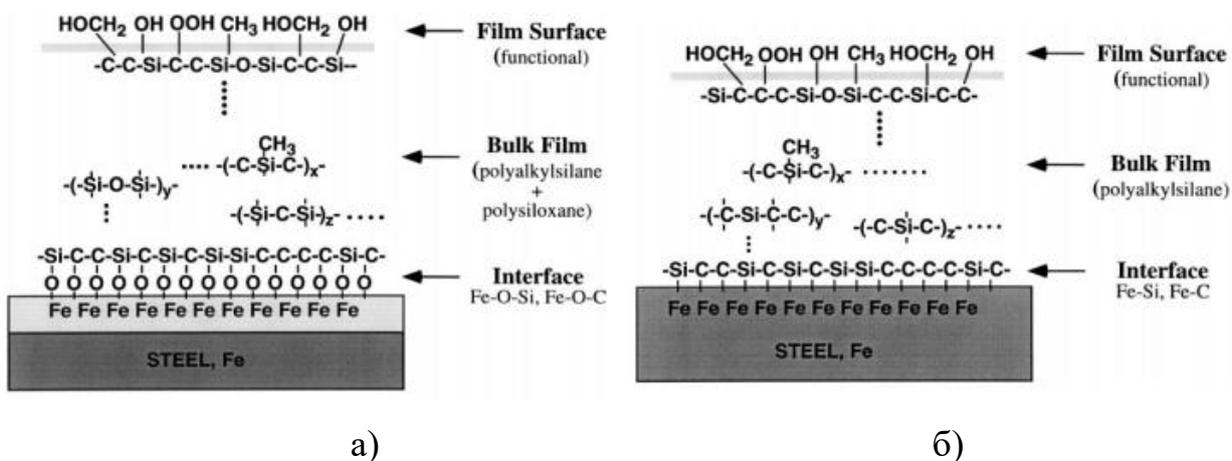


Рисунок 7 – Гипотетическая структура плазменных полимеров, осажденных на сталь, предварительно обработанную в кислородной плазме (а) и предварительно обработанную в смеси Ar/H₂ (б)

В пленке плазменного полимера образовалось соединение C₇Si₃. На границе раздела фаз присутствовали три элемента C, Si, Fe. Образование связей между железом и кремнием показывает образование силицида железа, который обладает высокой коррозионной стойкостью.

Образование связей между железом и кремнием показывает образование силицида железа, который обладает высокой коррозионной стойкостью. При этом предварительная обработка в аргоновой плазме приводила к удалению слоев оксидов железа с поверхности с образованием преимущественных связей между железом и кремнием или углеродом. При предварительной обработке стали (CRS, SAE 1008) в кислородной плазме образования покрытия происходит через связи с кислородом

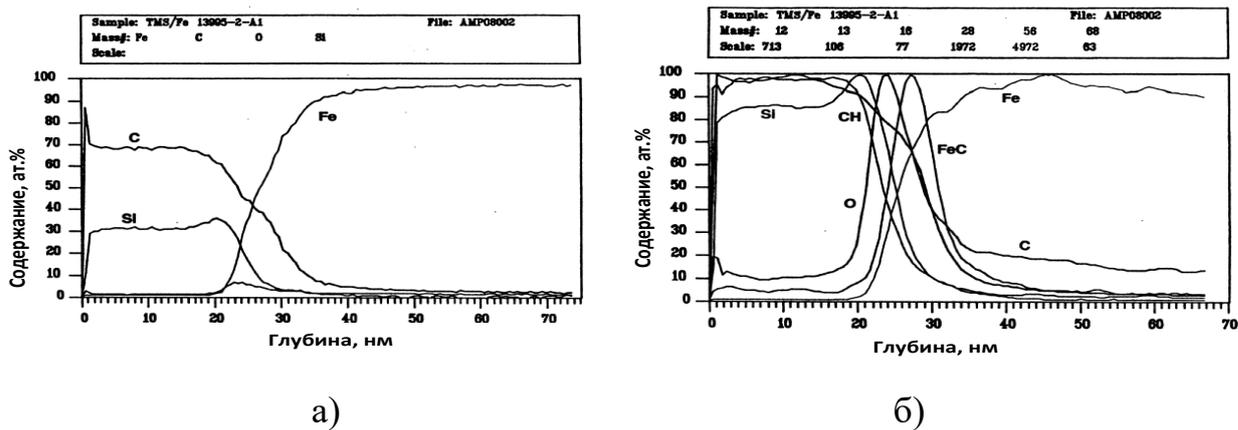


Рисунок 8 – Профили концентрации элементов в пленках, обработанных в стали предварительно в смеси Ag/H_2 :

а – атомная концентрация; б – профили концентрация атомных кластеров

Азотирование в атмосферной плазме

Обработка при низком давлении не дает возможности повысить концентрацию атомов азота, и обработка при атмосферном давлении позволяет это делать. Соответственно, время обработки существенно снижается. Так, нанесение покрытий может занимать несколько часов, в то время как процессы при атмосферном давлении занимают всего лишь несколько минут (для сравнения несколько мкм можно обработать за 1 мин). При этом насыщение азотом фазы аустенита (expanded austenite phase) может производиться практически до предельного значения растворимости. Помимо азота в газовую камеру вводятся восстановители (аммиака или водород), которые запускают радикальный механизм реакции в плазме.

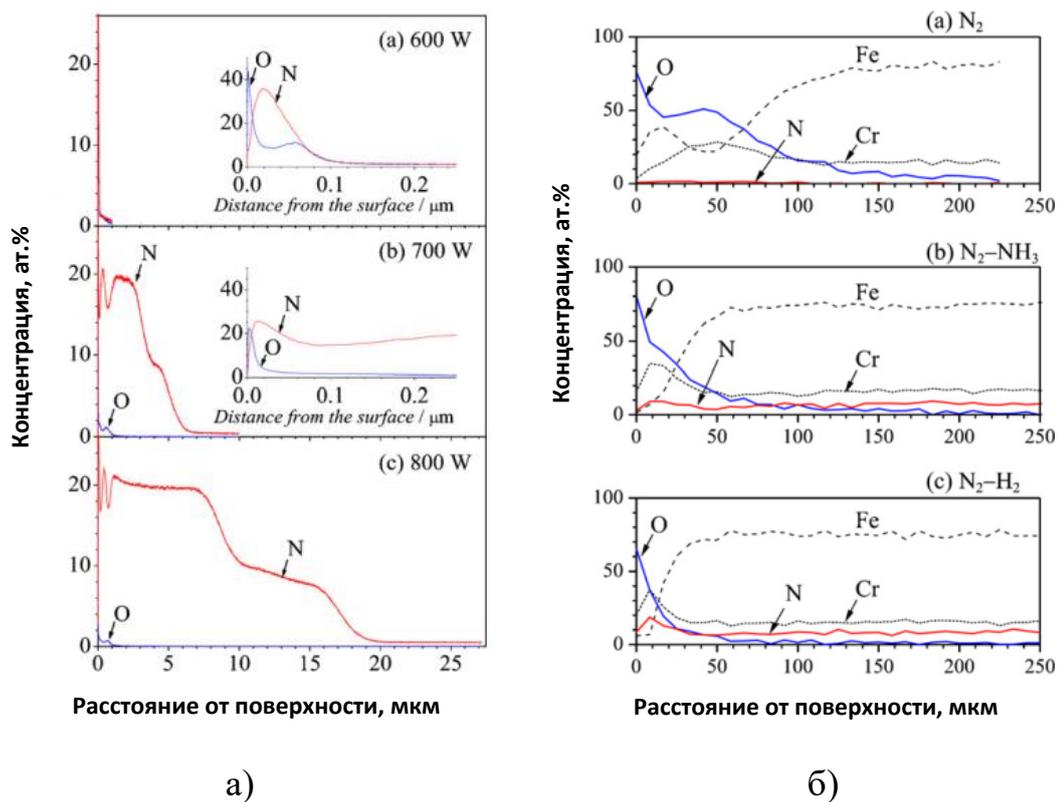


Рисунок 9 – Профили концентраций элементов по глубине для образца азотированного при 600 Вт, 700 Вт и 800 Вт (а); профили рентгенофотоэлектронной спектроскопии Fe-Cr сплава, обработанного в течение 60 с в азоте, смеси аммиака и азота, смеси азота и водорода (б)

Электронно-лучевая обработка

Электронно-лучевая обработка, как метод воздействия на свойства сталей, является, пожалуй, одним из самых высокоэнергетических. В данном процессе реализуются такие условия, которые с технической точки зрения не достижимы в лазерной, плазменной и других видах обработки.

Такой метод условно можно отнести к нетрадиционной технологии обработки сталей, но в последнее время он получает все большее распространение. Постепенное распространение данной обработки связано с тем, что в ней реализуются такие теплофизические условия процесса, которые невозможно достичь с использованием традиционных способов обработки.

Одним из основных назначений электронно-лучевой наплавки является повышение стойкости сталей к абразивному и коррозионному износу при

воздействию внешней среды; такой способ обработки используется для повышения срока службы деталей. Как правило, для наплавки используются различные тугоплавкие соединения (оксиды, карбиды и бориды переходных металлов). Отличительной особенностью таких соединений является их высокая твердость и стойкостью по отношению к воздействию большинства коррозионно-активных сред (кислоты, расплавы солей и т.п.). При окислении таких соединений, как правило, образуются термодинамически стабильные оксиды в виде поверхностной пленки, препятствующей проникновению кислорода вглубь сплава (например, при окислении Cr_3C_2 образует пленку Cr_2O_3 , TiB_2 образует пленку B_2O_3).

Данная работа посвящена вопросу модифицирования сталей электронным пучком. Проведен анализ основных процессов обработки сталей пучками электронов и основных параметров данной обработки.

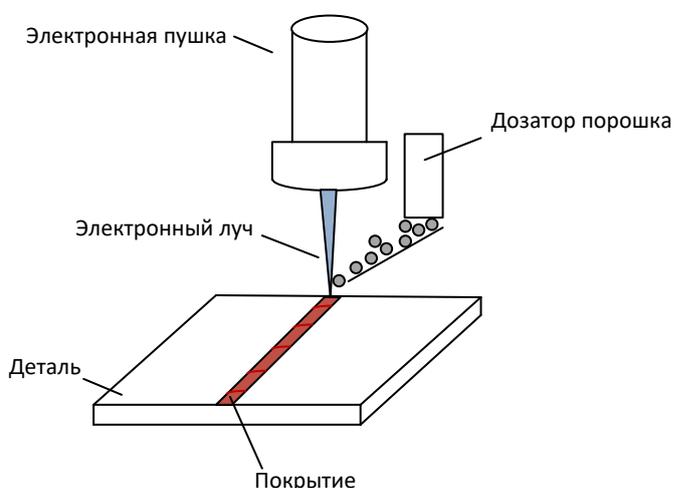


Рисунок 10 – Схема электронно-лучевой наплавки

Электронный пучок создает область высоких температур в точке узкого пятна воздействия. Высокая температура расплавляет металл, куда дозируется порошок наплавочного материала. Изделие, на которое производится наплавка, постепенно перемещается в вакуумной камере при условии неподвижности электронной пушки относительно детали. Существуют варианты, когда пушка

совместно с дозатором движутся относительно изделия, на которое осуществляется наплавка. Количество проходов, за которые новая порция наплавочного порошка добавляется в зону расплава, может быть достаточно большим. Стоит отметить, что снятие нагрева при перемещении электронного пучка в новую точку приводит к очень быстрой кристаллизации жидкой фазы и образованию мелкозернистой структуры слоя наплавки, а также к снятию остаточных напряжений.

Поскольку наплавка производится преимущественно в вакууме, то значение имеет размер частиц наплавочного порошка. Считается, что порошки размером частиц менее 50 мкм являются недостаточно сыпучими в вакууме, поэтому их стараются не использовать. Наиболее пригодны для наплавки в вакууме порошки с размером частиц 50-350 мкм. Считается, что повышение размера частиц выше границы 350 мкм приводит к повышению затрат энергии на расплавление.

Наплавка может проводиться с использованием различных схем, где используются не только плоские детали, но и детали тороидальной, а также цилиндрической формы.

Существуют следующие параметры процесса электронно-лучевой наплавки:

- Энергия пучка электронов;
- Ток пучка электронов;
- Скорость подачи порошка в зону наплавки;
- Скорость перемещения детали относительно электронного пучка;
- Размер (диаметр) электронного луча.

Если рассматривать преимущества использования электронного луча для модифицирования сталей, то безусловными достоинствами такого метода является его высокая прецизионность (в том числе благодаря малому пятну контакта) и высокая удельная мощность. Электронный луч значительно превосходит известные виды энергетического воздействия по своей удельной мощности.

Помимо вышесказанного можно выделить также следующие достоинства метода:

- Сравнительная простота процесса сканирования поверхности обрабатываемого изделия пучком электронов;
- Высокий КПД (70–80%);
- Отсутствие необходимости использования специальных поглощающих покрытий.

В общем виде кинетическая энергия электронов, которая определяется высокой скоростью движения электронов, преобразуется в тепловую при контакте с деталью. При этом зона, в которой осуществляется обработка, прогревается до экстремально высоких температур (выше 5000°C). Роль электронного луча заключается в ускорении диффузионных процессов в металле, а также в повышении температуры обрабатываемой детали. В некоторых работах отмечают наличие двух механизмов формирования слоя при воздействии электронным лучом: диффузионно-кристаллизационный и диффузионный.

Помимо вышеуказанных процессов воздействие электронного пучка на металлический материал вызывает образование вакансий и межузельных атомов. Предполагается, что дефекты формируются в значительной мере при воздействии высокоэнергетических пучков (сотни кэВ). Однако того же эффекта можно достичь и при меньшей энергии пучка, но при высокой плотности тока электронного пучка.

Электроны проникают в поверхность обрабатываемой детали на глубину порядка 4–5 мкм (ускоряющее напряжение до 30 кВ). Повышение ускоряющего напряжения приводит к росту глубины их проникновения. Большинство установок для электронно-лучевой наплавки состоит из трех основных элементов: электронной пушки, манипулятора и вакуумной камеры.

Несмотря на большое число достоинств технологии электронно-лучевой обработки сталей, существуют и определенные недостатки:

- Проблема масштабирования обработки крупногабаритных деталей. Увеличение габаритов требует существенной перестройки линий и обвязки, что ведет к росту капитальных затрат;

- Сравнительно невысокая глубина обработки. Для некоторых установок глубина обработки (проникновения) устанавливается на таком уровне, что необходимо обрабатывать деталь более длительное время, поэтому скорость обработки несколько снижается;

- Выделение вредных соединений. Воздействие электронного пучка на ряд наплавочных материалов приводит к выделению вредных соединений в газовую фазу, которые могут воздействовать на электронную пушку.

- Создание вакуума. Обеспечение заданной глубины вакуума требует системы вакуумной откачки, которая обладает ограниченными ресурсами, в особенности, в интенсивном режиме эксплуатации. В некоторых вакуумных системах возможна обратная диффузия вакуумного масла в камеру, что может ухудшать свойства изделия.

Помимо использования ряда тугоплавких соединений для обработки электронным пучком, поверхности сталей часто модифицируют углеродными наноматериалами.

Помимо вакуумной обработки пучками электронов также широко распространена и вневакуумная обработка. Выведение пучка электронов в атмосферу широко используется для наплавки. Действующие ускорители ИЯФ СО РАН позволяют обеспечивать высокую скорость обработки поверхности. Производительность наплавки может достигать $30 \text{ см}^2/\text{с}$. Использование электромагнитной развертки позволяет отклонять электронный луч на 45° . Обработка производится при предварительном нанесении тугоплавких соединений. Данный способ обработки позволяет расплавлять большинство материалов, а электронный пучок может проникать в металлические материалы на $0,1\text{--}10 \text{ мм}$. Нельзя не отметить основное достоинство метода по сравнению с вакуумной электронно-лучевой наплавкой – хорошее перемешивание материала

основы и наплавляемого материала. Помимо этого, во многом решается проблема обработки деталей сложной формы.

В вышеуказанном методе широко распространено использование тугоплавких боридов, которые образуются при введении бора и соответствующего металла в изделие. Хорошей коррозионной стойкостью и износостойкостью обладают покрытия на базе Cr_3C_2 и других карбидов хрома, полученные вневакуумной электронно-лучевой наплавкой.

Таким образом, модифицирование поверхности сталей электронными пучками представляет собой один из наиболее интенсивных, с энергетической точки зрения, способов обработки. Однако существующие на данный момент технологии во многом основаны на исследовательских установках и небольшом количестве обрабатываемых деталей, в совокупности с обработкой изделий сравнительно невысокой сложности с точки зрения формы. Современные требования к деталям требуют разработки все более новых компоновочных решений для установок, что в свою очередь, не может не отразиться на стоимости такого вида обработки. Анализ экономической составляющей данного вида обработки очень важен для последующего масштабирования процесса в реальном производстве.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Многочисленные результаты исследований свидетельствуют о том, что избежать усталостного разрушения поверхностей трения можно с помощью увеличения контактной прочности материала, которая в свою очередь достигается благодаря снижению механических и термических воздействий на контактирующие поверхности. Одним из возможных решений поставленной задачи является использование методов в области диффузионного упрочнения поверхностных слоев, которые касаются ионного азотирования, представляющего собой эффективный способ упрочняющей обработки стальных деталей: валов, зубчатых венцов, конических и цилиндрических шестерен, муфт, валов-шестерен сложной конфигурации и т.д.

Среди преимуществ ионно-плазменного азотирования следует отметить: высокую твердость (до 1300 HV), которая достигается без закалки; незначительную деформацию деталей в сравнении с другими методами укрепления; теплостойкость поверхностного слоя до 500-600 °С; высокую износостойкость; коррозионную стойкость (особенно в атмосфере); высокую усталостную выносливость азотированных деталей.

В тоже время в традиционном варианте использования для технологии ионно-плазменного азотирования характерным является ряд весьма весомых недостатков: длительный цикл обработки, значительное удельное потребление электроэнергии на 1 кг изделия. Кроме того, отдельного внимания заслуживает такой минус ионного азотирования как образование вторичных хрупких нитридов железа Fe_4N как на поверхности, так и в зернах упрочненного слоя. Это способствует возникновению внутренне напряженного состояния, что приводит к деформации покрытия с изменением геометрических размеров деталей и в последствии требует дальнейшего шлифования.

С учетом вышеизложенного, в настоящее время разрабатываются и апробируются новые подходы к азотированию, которые имеют значительные преимущества, в частности, широкую популярность получили методы

диффузионного насыщения, которые основаны на использовании плазменных процессов. Однако необходимо отметить, что для оценки эксплуатационных показателей конструкционных материалов, укрепленных с использованием новых методов ионно-плазменного азотирования, требуется проведение длительных испытаний усталостной прочности на базе машин трения, моделирующих работу таких сопряжений. Очевидно, что такая постановка вопроса обуславливает ограниченное количество исследований, касающихся влияния азотирования на величину контактной прочности материалов, особенно в процессе применения ионно-плазменных методов, которые имеют существенные отличия и преимущества перед традиционными печными.

Рассмотрим более детально имеющиеся на сегодняшний день технологии, их возможности и преимущества.

Так, особого внимания, по мнению автора, заслуживает метод ионно - плазменного азотирования в тлеющем разряде, физическая суть которого заключается в возбуждении импульсного разряда в азотно - водородной среде между деталями, которые азотируются и одновременно выполняют роль катода, и стенками вакуумной камеры, которая является анодом.

Для проверки этого метода исследовались стали ферритного (08X8CЮТч) и аустенитного (12X18H10T) классов, а также промышленного класса 30X2H2ВФА после ионно - плазменного азотирования на установке ИОН-20И2 фирмы «ЭФТТОМ-ИОН» (Болгария). Основные технологические характеристики установки следующие: рабочий газ - аммиак, давление аммиака - от 1 до 6 мбар при затратах 20 л/ч, ток в импульсе - от 0 до 60 А, напряжение в импульсе - от 0 до 800 В, частота импульсов - 10 кГц, максимальная температура процесса - 600 °С. Изменяя давление аммиака и интенсивность тлеющего разряда можно сформировать диффузные слои разного фазового состава и функционального назначения. В зависимости от поставленных задач акцент в их структуре можно делать либо на γ' - фазу состава $FeMe_4N$ или на ϵ - фазу состава $FeMe_{2-3}N$.

С целью проведения металлографического анализа торцевых

микрошлифов использовался микроскоп МЕТАМ РВ-21. Оценивая эксплуатационные свойства исследуемых сталей важно установить характеристику пластичности δ_H синтезированных поверхностных слоев, что невозможно осуществить стандартными методами механических испытаний. Для этого был избран метод микроидентирования на приборе ПМТ-3.

Физическая суть параметра δ_H заключается в том, что его можно рассматривать как часть пластической деформации от полной деформации, возникающей в результате углубления индентора. Поскольку сформированные слои не обладают высокой хрупкостью, то для расчета характеристики пластичности использовалась модель упруго - пластического контакта.

Для повышения точности измерений осуществлялось по шесть уколов индентором при нагрузке 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1, 1,2; 1,5 Н соответственно. Характеристика пластичности δ_H определялась по глубине сформированного слоя и рассчитывалась по следующей формуле:

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}$$

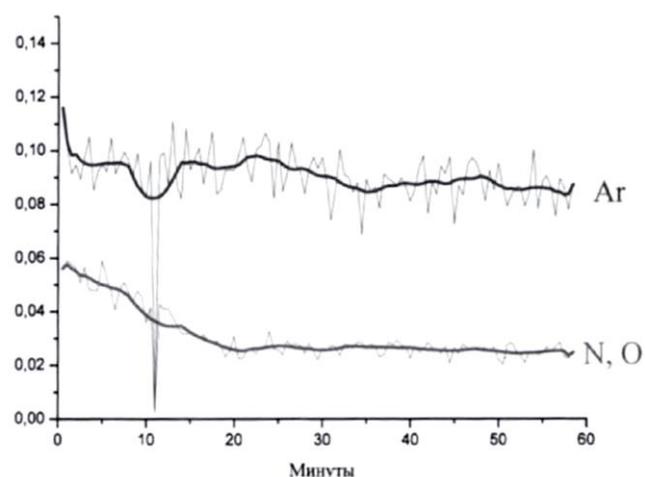
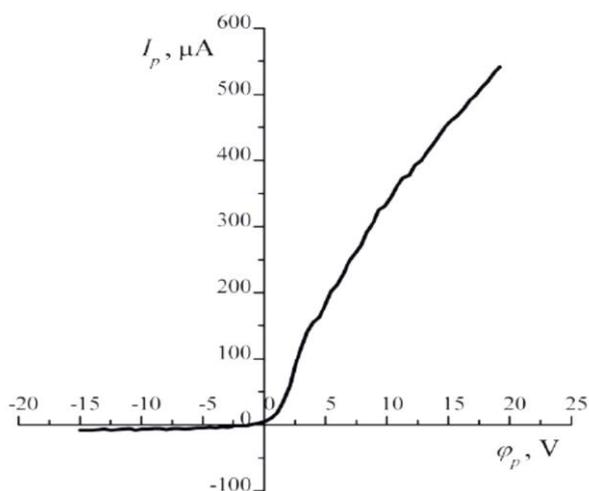
где E - модуль упругости,

ν - коэффициент Пуассона,

HV - микротвердость по Виккерсу .

В методике определения характеристики пластичности предусмотрено, что величина δ_H меняется от 0 (для абсолютно упругого контакта) до 1 (для абсолютно пластического контакта), хотя на практике никогда не достигает вышеупомянутых предельных значений.

Параметры плазмы (ионный ток, плотность ионов, вольтамперные характеристики, спектральные характеристики) непрерывно отслеживались и архивировались с помощью плазмометра «PlasmaMeter» и спектрометра «PlasmaSpectr» .



Типичная вольтамперная характеристика зонда при давлении $1,2 \cdot 10^{-2}$ Торр, с помощью которой рассчитывались параметры плазмы (ионный ток, плотность плазмы, температура электронов, степень ионизации потока)

Спектральные параметры плазмы

Рис. 11 Отслеживаемые параметры плазмы

Оценка коррозионной стойкости исследуемых сталей после ионного азотирования осуществлялась по результатам ускоренных испытаний в камере «солевого тумана». Рабочая среда состояла из 5%-ного раствора NaCl с добавлением $0,25 \text{ г / дм}^3$ уксусной кислоты до pH = 3, - 3,3. При этом температура в камере поддерживалась на уровне $35 \pm 50^\circ\text{C}$, влажность 100%, время испытаний - 100 часов.

Технологические параметры формирования усиленных слоев:

- температура термоциклирования - $550 \pm 30^\circ\text{C}$;
- давление - 50-100 Па;
- время обработки - 10:00, соотношение реакционных газов - 80% Ar + 20% N_2 .

Укрепление поверхностей образцов происходило равномерно по всему периметру, что должно обеспечивать равномерную толщину диффузионного слоя.



Рис. 12 Образец в камере установки

Рассмотрим более подробно этапы проведения испытания.

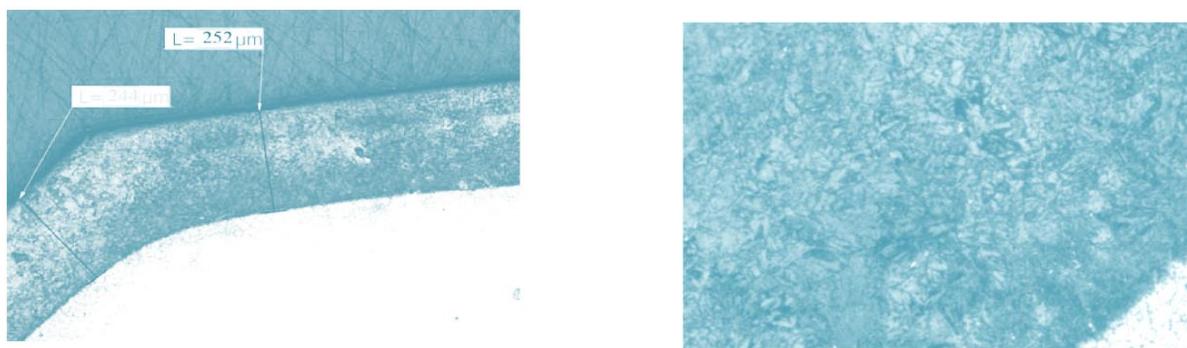
Этап 1. Проведение предварительной очистки образцов испытуемых металлов с использованием бензина и спирта, после чего они размещаются в вакуумной камере установки, которая оснащена газовым плазмогенератором. Металлические образцы располагаются в центре вращающегося элемента установки и дополнительно им придается ускорение со скоростью не менее 2 об/мин.

Затем проводится откачивание камеры до давления $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст., после чего запускается аргон под давлением $3 \cdot 10^{-3}$ - $7 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.. На следующем этапе плазмообразующий газ аргон заменяется на газовую смесь $\text{Ar} + 50\% \text{N}_2$, которая подается в генератор плазмы с давлением $1,5 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.

Температура испытуемых образцов доводится до уровня 550°C благодаря увеличению потенциала смещения до 600 В. Генератором плазмы создается поток, который включает в себя исключительно ионы азота. Таким образом, были созданы условия для непосредственного азотирования, которое предполагает диффузное насыщение поверхности металла, находящегося в газоразрядной плазме азота с высокой плотностью.

Образцы в такой среде выдерживались на протяжении от 2 до 3 часов. После чего было проведено измерение их основных геометрических размеров,

также детально анализировались свойства поверхностного слоя, который был модифицирован.



Глубина азотированного слоя на стали

Микроструктура азотированного

слоя на стали

Рис. 13 Характеристики азотированного слоя на стали 30X2H2BФА

Величина твердости основного металла после проведения процедуры азотирования осталась неизменной $H_{\mu} = 360 \dots 380$. В тоже время глубина азотированного слоя достигла отметки $245 \dots 265$ мкм, это свидетельствует о том, что ионно-плазменное азотирование в 3-5 раз эффективнее по сравнению с традиционными методами.

Этап 2. Изучение влияние основных параметров ионно-плазменного азотирования (температуры процесса, давления насыщения газа, времени изотермической выдержки) на характер структурообразования диффузных слоев. Температуру процесса меняли в интервале $400 - 600$ °C, давление - от 3 до 6 мбар, а время изотермической выдержки образцов - от 2 до 3 часов.

Металлографичный анализ азотированных слоев на сталях ферритного и аустенитного классов подтвердил, что строение этих слоев различно в зависимости от изменения технологических параметров процесса и химического

состава сталей. Это объясняется перераспределением атомов азота между твердым раствором и нитридных фазами, которые образуются в результате реакционной диффузии.

Иллюстрацией проведенных исследований являются отдельные структуры азотированных слоев, полученные в условиях различных параметров насыщения

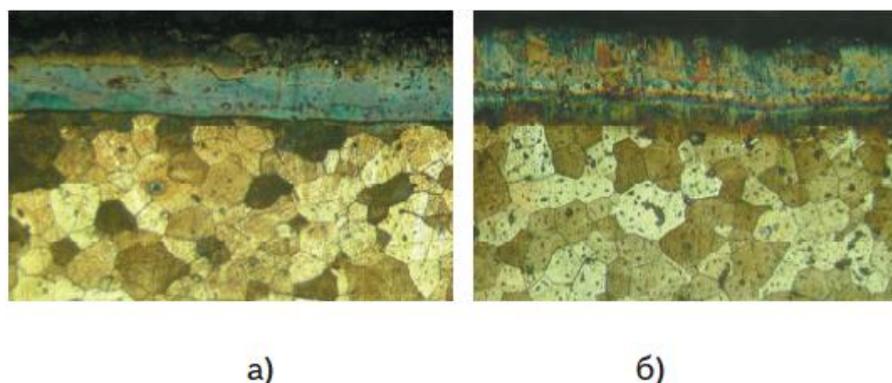


Рис. 14 Микроструктура азотированного слоя стали 08X8CЮТч, полученного после ионного азотирования при длительности выдержки 3 ч, давлении аммиака 3 мбар: а) - при температуре 400 °С; б) - при температуре 600 °С, х 400

Четко видно, что с повышением температуры азотирования от 400 °С до 600 °С размеры и строение сформированных слоев меняется. Их количество для обеих сталей возрастает до трех, а общая толщина составляет 80 - 150 мкм в зависимости от марки стали. Причем внутренний слой имеет дендритное строение игольчатого типа, а во внешнем слое наблюдаются светлые участки, которые могут принадлежать ϵ -фазе (для температуры азотирования 400 °С) или γ' -фазе, когда процесс осуществляется при температуре 600 °С. Следует отметить, что рост давления плазмы расширяет размеры внутреннего слоя, иглы которого увеличиваются в размерах и глубоко погружаются в основу стали.

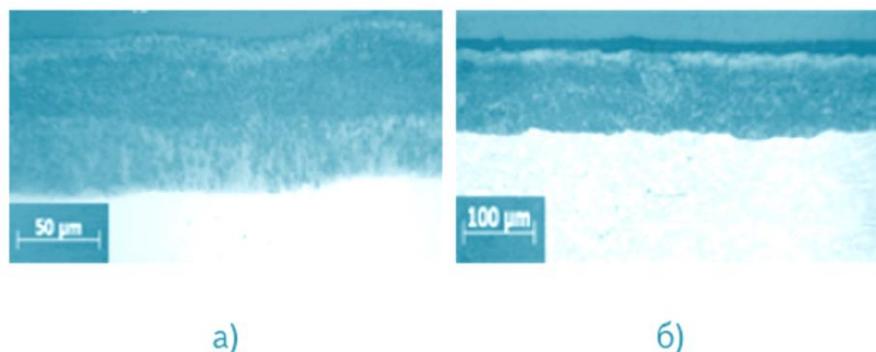


Рис. 15 Микроструктура азотированного слоя стали 12Х18Н10Т при длительности выдержки 2 ч, температуре 600 °С: а) - давление аммиака 3 мбар; б) - давления аммиака 5,5 мбар

После ионной имплантации стали 12Х18Н10Т при температуре 600 °С, давлении 3 мбар, и времени выдержки 2:00 сформировались азотированные слои толщиной 78 - 95 мкм.

Экспериментальные опыты с микроструктурой азотированного слоя позволяют засвидетельствовать формирование его равномерной, непрерывной структур, а также отсутствие хрупкого поверхностного слоя, который появляется в случае использования традиционных подходов и методов азотирования.

Данные таблицы 1 наглядно демонстрируют тот факт, что геометрические размеры изучаемых образцов металлов остаются практически неизменными с точностью до 1-2 мкм.

Таблица 1 Характеристики испытываемых образцов

Параметры ионно-плазменного азотирования	Образец 1 08Х8СЮТч	Образец 2 12Х18Н10Т	Образец 3 30Х2Н2ВФА
Температура нагрева в газоразрядной плазме, Т °С	450 ± 5	420 ± 5	440 ± 5
Время выдержки образцов, мин	20 ± 10	20 ± 10	20 ± 10
Отрицательный потенциал очистки, В	600 ± 5	600 ± 5	600 ± 5
Отрицательный потенциал ионной очистки, В	400 ± 5	400 ± 5	400 ± 5
Продолжительность изотермической выдержки образцов, ч	1,5	1,5	1,5
Уровень давления азота, мм рт.ст. 10 ⁻³	1,5 ± 0,1	1,5 ± 0,1	1,5 ± 0,1
Потенциал смещения при азотировании, В	600 ± 5	600 ± 5	600 ± 5
Температура азотирования, Т °С	530 ± 5	530 ± 5	530 ± 5

Время для проведения азотирования, ч	2	2	2
Глубина азотированного слоя, мм	0,25	0,25	0,3
Твердость азотированного слоя, HV	830	790	970
Твердость основы, HRC	37-39	36-40	38
Характеристика и параметры геометрических размеров с точностью до 1-2 мкм	Без изменений	Без изменений	Без изменений

Этап 3. Искусственное изнашивание образцов свободным абразивом. В качестве абразива был избран кварцевый песок (SiO_2) зернистостью 200 ... 250 мкм, который подавался резиновым роликом на поверхность трения. Перед проведением испытания абразив был высушен (уровень влажности находился на отметке не более 0,16%). Для измерения износа использовался весовой метод и аналитические весы АДВ-200. На всех этапах проведения испытаний образцы промывались в этиловом спирте, а также просушивались и взвешивались. Условия проведения эксперимента следующие: нагрузка 20 кг (при плече 272 мм), скорость скольжения 0,158 м / с, путь трения 100 м.

Для проведения сравнения износостойкости испытывались образцы из стали которые не укреплены, и образцы после обработки (закалка, ионно-плазменное азотирование, закаливание + ионно-плазменное азотирование) (рис. б).

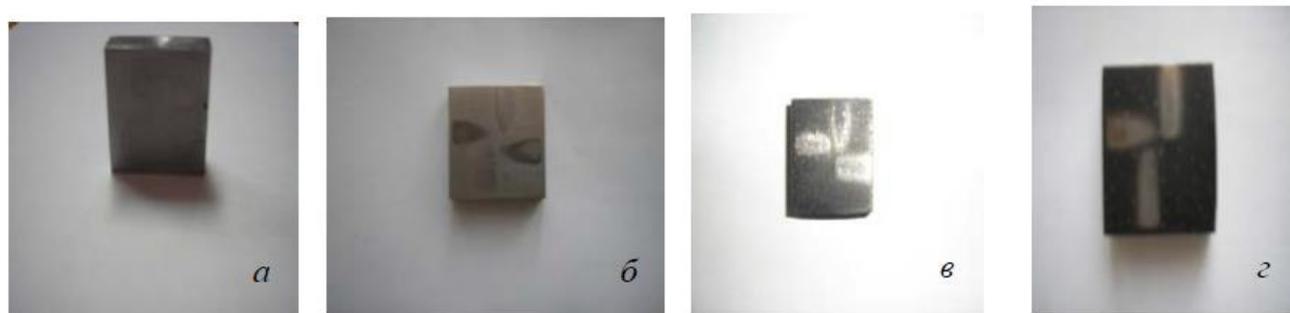


Рис. 6 Общий вид образца № 1 до проведения испытаний (а) и образцов № 1, 2, 3 после проведения испытаний (б, в, г)

В результате проведенных экспериментальных исследований установлено, что наибольший износ наблюдается у необработанных образцов (табл. 2).

Таблица 2 Результаты экспериментальных исследований износа сталей

№ образца	Обработка	Микротвердость, HRC	Весовой износ, г	Среда
1	-	22	0,0015	песок
1	-	22	0,0012	вода + песок
2	Закалка	40	0,0009	песок
2	Закалка	40	0,0007	вода + песок
3	Ионно-плазменное азотирование (ИПА)	43	0,0008	песок
3	Ионно-плазменное азотирование	43	0,0007	песок
4	Закалка + ИПА	47	0,0006	вода + песок
5	Закалка + ИПА	47	0,0005	вода + песок

На металлических поверхностях, находящихся в трибологическом контакте четко видны три зоны: зона с исходным материалом, переходная зона и зона трения

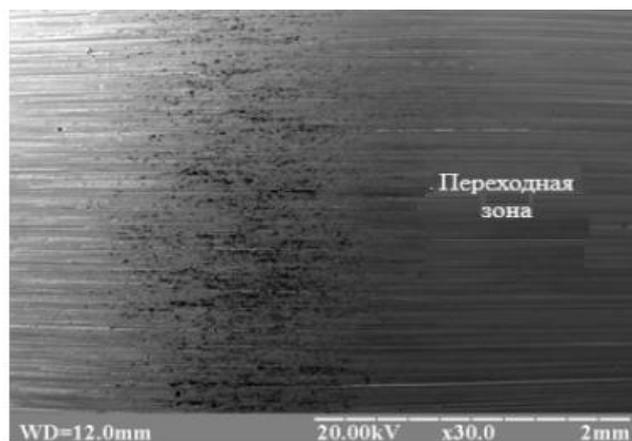


Рис. 17 Поверхность образца 08X8CЮТч после испытаний

Химический анализ в зоне трения образца 1 показал наличие в ней кроме элементов, которые входят в состав исходного материала, кислорода, азота и кремния. Наличие кислорода можно объяснить образованием в процессе трения оксидных пленок, азота - диффузией азота с образованием нитридов в процессе азотирования, кремния - влиянием абразивной среды - песка.

Таким образом, подводя итоги проведенного исследования, можно сделать следующие выводы.

Экспериментальные данные свидетельствуют о том, что в процессе использования плазменного прецизионного азотирования становится возможным получить слой с равномерной структурой защитной поверхности при отсутствии образования хрупких частиц нитридов железа, также удастся повысить твердость деталей из различных видов сталей и сплавов, при этом сохранив исходные геометрические размеры изделий и достигнув их минимальной деформации.

Кроме того, результаты испытаний позволяют сделать заключение, что в ходе ионно-плазменного азотирования в 3-5 раз ускоряется процесс создания азотированного слоя по сравнению с традиционным способом, который предусматривает ионное азотирование в тлеющем разряде. Проведенные исследования также подтвердили возможность получения качественных азотированных слоев различного состава и строения на сталях ферритного и аустенитного классов. Это дает возможность применять ионное азотирование

для решения различных технических задач с использованием таких материалов.

Улучшение коррозионной стойкости деталей, работающих при статических условиях, целесообразно обеспечивать путем образования в азотированных слоях ϵ - фазы. В тоже время, повышение коррозионно-механической прочности деталей, которые работают в статических условиях требует формирования азотированного слоя, которых состоит из смеси ($\epsilon + \gamma'$) фаз. Увеличить эрозионную стойкость деталей, которые работают в условиях динамических нагрузок, возможно при наличии в структуре азотированного слоя γ' - фазы, когда наблюдается увеличение характеристики пластичности.

**Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной
работы (диссертации)**

Публикации в изданиях, рецензируемых ВАК

1. Воробьев Ф.М. Особенности образования трещин вблизи неметаллических включений при различных режимах деформационной и предварительной лазерной обработок
- 2 Воробьев Ф.М. Модифицирование сталей электронным пучком

Аспирант



ФИО

(подпись)