

ВПЛИВ РЕЖИМНИХ ПАРАМЕТРІВ АЗОТУВАННЯ У ТЛЮЧОМУ РОЗРЯДІ НА ТОВЩИНУ НІТРИДНОЇ ЗОНИ МОДИФІКОВАНОГО ШАРУ

Розглянуті особливості формування нітридної зони модифікованого шару в процесі безводневого азотування сталей у тліючому розряді та вплив режимних параметрів (температури, тиску, складу газового середовища) на її товщину.

Ключові слова: азотування, тліючий розряд, нітридна зона, азотований шар, режимні параметри.

I.M. PASTUKH, G.M. SOKOLOVA, O. S. ZDYBEL
Khmeltsky National University

INFLUENCE OF NITRIDING IN A GLOW DISCHARGE OPERATIONAL PARAMETERS ON THE NITRIDE ZONE OF THE MODIFIED LAYER THICKNESS

Abstract – The features of the formation of nitride zone in the modified layer in the process of hydrogen free nitriding in a glow discharge and the influence of operating conditions (temperature, pressure, composition of the gas media) on its thickness are analyzed.

Described experiments have confirmed the correctness of the basic conceptual approaches. The results of research is not only theoretically important but will also have wide application, because the analysis results can be the basis for definition of main areas of regulation nitriding process in order to obtain the optimal performance of the modified layer (the structure, the phase composition and the thickness) that can provide the required complex of products properties.

Common technological regimes of hydrogen free nitriding in a glow discharge which were selected on the basis of years of experimental and production activities are recommended.

Keywords: nitriding, glow discharge, nitride zone, nitrated layer, regime parameters.

Вступ

Необхідний комплекс фізико-механічних властивостей азотованих сталей визначається умовами експлуатації і вимагає створення модифікованого шару з розвитком тих чи інших фазових і структурних складових, здатних забезпечити працездатність виробів в режимі зношування, корозії, при знакозмінних навантаженнях тощо.

У загальному випадку азотований шар складається з зони нітридних сполук (Fe_{2-3}N – ϵ -фаза, Fe_4N – γ' -фаза) і розташованої під нею дифузійної зони або, як її ще називають, зони внутрішнього азотування (азотистого α -твердого розчину $\alpha\text{-Fe}_{(\text{N})}$).

Товщина і фазовий склад нітридної зони визначають її властивості, а отже, в кінцевому підсумку, і властивості азотованої сталі. Можливість регулювання процесу насичення поверхні, що є однією з основних переваг азотування у тліючому розряді порівняно з пічним азотуванням, дозволяє отримати модифікований шар на основі азотистого α -твердого розчину як із зовнішньою нітридною зоною, так і без неї, або ж нітридну зону на основі лише ϵ - або лише γ' -фази. Однофазна нітридна зона покращує механічні властивості азотованої поверхні на відміну від двофазної ($\epsilon + \gamma'$) зони, що характеризується підвищеною крихкістю. Втім, при високій швидкості тертя (вище 3 м/с) зона ($\gamma' + \epsilon$) відіграє позитивну роль, запобігаючи адгезійній взаємодії деталей пари тертя [1].

Нітридна зона, що містить лише γ' -фазу, характеризується достатньо високою пластичністю, зона ж, що містить ϵ -фазу, має меншу пластичність, але вищу корозійну стійкість. Найвища пластичність відповідає шару без нітридної зони. В цілому, чим тоншою є нітридна зона, тим більш пластичним є азотований шар, але тим нижчий опір абразивному зношуванню, особливо в умовах сухого тертя.

Наведені положення свідчать про те, що товщина і фазовий склад нітридної зони мають регулюватися з урахуванням конкретних умов експлуатації деталі. Так, для деталей, що працюють у корозійному середовищі та на зношування, при малих контактних навантаженнях необхідний азотований шар із розвинутою нітридною зоною, що забезпечує високий опір корозії і припрацювання поверхонь тертя. Азотований шар без нітридної зони рекомендується для деталей, що працюють при високих динамічних навантаженнях в умовах зношування при високому тиску; корозійна стійкість та опір абразивному зношуванню в умовах сухого тертя при цьому будуть знижені [2].

Регулювання процесу модифікації при азотуванні у тліючому розряді здійснюється шляхом варіювання технологічними параметрами азотування – режимними (температура поверхні, тиск у розрядній камері, склад газової суміші) та енергетичними (густина струму і напруга на електродах розрядної камери). Більшість з названих параметрів є взаємопов'язаними. Так, склад газової суміші впливає на напругу запалювання, а зміна напруги і густини струму залежать від температури процесу насичення та тиску газового середовища [1].

Сучасні технологічні процеси безводневого азотування у тліючому розряді засновані на емпіричних даних і експериментальному підборі оптимальних режимів модифікації поверхні. У цьому випадку обмежуються можливості керування процесом азотування і необхідне проведення подальших досліджень впливу технологічних параметрів на товщину, структуру та фазовий склад модифікованого шару азотованих сталей з метою створення загальної методики вибору режимів азотування у тліючому розряді, здатних забезпечити оптимальні для заданих умов експлуатації характеристики поверхні. Особливого значення при цьому набуває вивчення впливу на процес модифікації температури, тиску та складу газової суміші, оскільки саме цими параметрами відносно легко варіювати у виробничих умовах. При цьому необхідно враховувати той факт, що температура і тиск робочого газу визначають енергетичні параметри, що характеризують специфіку тліючого розряду.

Методика проведення досліджень

Експериментальні дослідження проводились на установці УАТР-1, призначеній для азотування в тліючому розряді у безводневих газових середовищах. Всього проведено 27 технологічних процесів для сталей чотирьох марок (сталі 20, 45, 40X, 38X2МЮА). Параметри режимів азотування наведені у [3].

Після азотування контрольні зразки циліндричної форми (діаметр 5 мм, довжина 20 мм) розрізались в діаметральній площині при параметрах різання, які не призводили до їх суттєвого нагрівання, що забезпечувало незмінність структури модифікованого поверхневого шару.

Травлення сталей для виявлення структури азотованого шару виконувалось за допомогою 3-відсоткового спиртового розчину азотної кислоти HNO_3 .

Вимірювання нітридної зони проводилося за допомогою металографічного мікроскопа МІМ-10, що дозволяє проводити візуальне спостереження та фотографування мікроструктури металів, а також кількісний аналіз фазового та структурного складу сталей за допомогою напівавтоматичного вбудованого пристрою. Товщина шару розраховувалась як середнє арифметичне значень вимірювань, проведених у 25 точках досліджуваного зразка.

Аналіз результатів досліджень

В результаті азотування на поверхні усіх зразків досліджуваних сталей утворилася нітридна зона у вигляді тонкої світлої смуги (рис. 1). Відсутність чіткої нижньої межі у нітридній зоні сталі 38X2МЮА пояснюється наявністю алюмінію, що сприяє зменшенню кількості ϵ -фази на поверхні, при цьому γ' -фаза, збагачена алюмінієм $(\text{Fe, Al})_4\text{N}$, розповсюджується у глибину металу у вигляді характерних “вусів” [4].

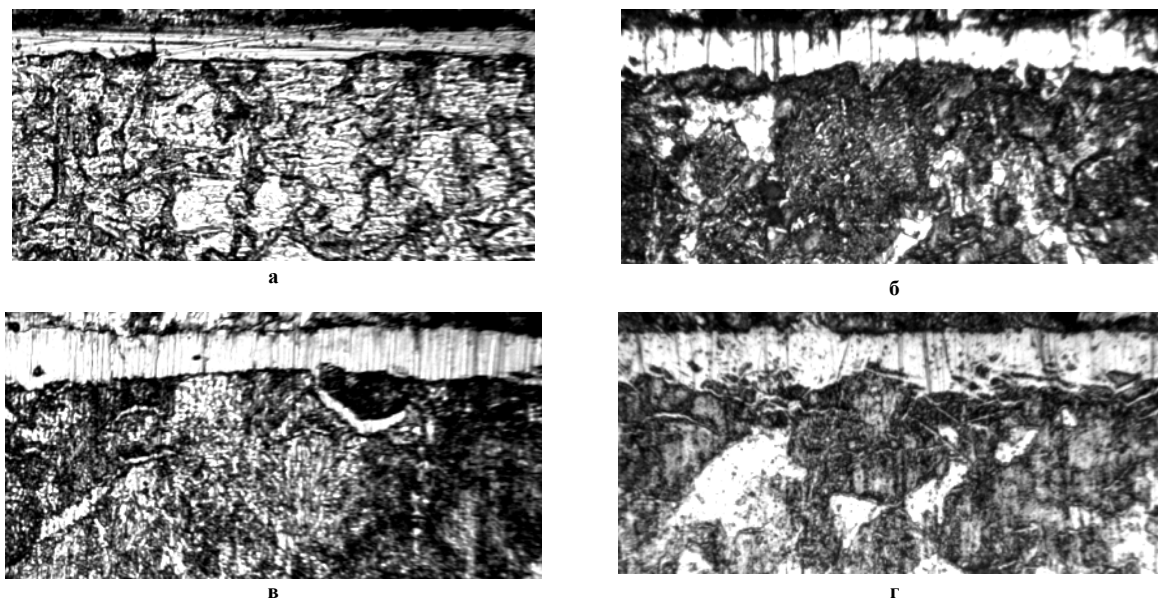


Рис. 1. Мікроструктура сталі після азотування у тліючому розряді ($T = 600 \text{ C}^\circ$, $p = 0,9 \text{ тор}$, вміст азоту – 50 %): а – сталь 20; б – сталь 45; в – 40X; г – 38X2МЮА

Результати вимірювання товщини нітридної зони наведені у таблиці 1.

Таблиця 1

| Температура, C° | Тиск, тор | Товщина нітридної зони | | | | | |
|----------------------------------|--------------|------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | | Сталь 20 | | | Сталь 45 | | |
| | | Вміст азоту, % | | | | | |
| | | 20 | 50 | 80 | 20 | 50 | 80 |
| 520 | 0,6 | <u>1,79</u> | <u>5,43</u> | <u>1,37</u> | <u>3,24</u> | <u>4,76</u> | <u>2,56</u> |
| | | 1,57–2,25 | 4,50–6,31 | 1,13–1,58 | 2,70–3,83 | 3,82–5,85 | 2,02–3,16 |
| | 0,9 | <u>2,82</u> | <u>5,87</u> | <u>3,38</u> | <u>3,38</u> | <u>5,54</u> | <u>6,69</u> |
| | | 2,25–3,39 | 4,73–9,76 | 2,48–3,83 | 2,92–4,27 | 4,50–6,31 | 5,70–8,34 |
| | 1,2 | <u>2,30</u> | <u>6,39</u> | <u>4,22</u> | <u>2,32</u> | <u>6,62</u> | <u>5,09</u> |
| | | 1,82–2,74 | 5,41–7,21 | 3,15–4,95 | 1,80–2,93 | 5,40–7,88 | 4,05–6,37 |
| 560 | 0,6 | <u>5,23</u> | <u>6,55</u> | <u>5,34</u> | <u>4,71</u> | <u>5,32</u> | <u>6,87</u> |
| | | 4,50–6,09 | 5,86–7,43 | 4,05–6,53 | 3,61–5,41 | 4,50–6,08 | 5,63–7,68 |
| | 0,9 | <u>4,44</u> | <u>4,29</u> | <u>3,04</u> | <u>1,53</u> | <u>5,59</u> | <u>5,54</u> |
| | | 3,16–4,96 | 3,38–4,95 | 2,25–3,62 | 1,14–1,80 | 4,27–6,98 | 4,50–6,98 |
| | 1,2 | <u>6,13</u> | <u>6,15</u> | <u>6,57</u> | <u>3,89</u> | <u>6,97</u> | <u>2,91</u> |
| | | 5,19–7,66 | 4,73–7,21 | 5,41–7,43 | 3,16–4,72 | 5,85–7,88 | 2,29–3,89 |

Продовження таблиці 1

| Температура, С° | Тиск, тор | 40X | | | 38X2МЮА | | |
|--------------------|--------------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------------|
| | | Вміст азоту, % | | | | | |
| | | 20 | 50 | 80 | 20 | 50 | 80 |
| 600 | 0,6 | $\frac{5,77}{5,18-6,53}$ | $\frac{6,69}{5,18-7,89}$ | $\frac{8,05}{6,53-9,91}$ | $\frac{10,42}{8,55-11,71}$ | $\frac{8,91}{7,43-10,59}$ | $\frac{7,66}{6,30-9,68}$ |
| | 0,9 | $\frac{5,77}{5,18-6,53}$ | $\frac{5,32}{4,05-6,31}$ | $\frac{7,49}{6,31-8,79}$ | $\frac{8,71}{6,75-9,92}$ | $\frac{9,78}{7,89-13,06}$ | $\frac{9,72}{7,65-11,71}$ |
| | 1,2 | $\frac{10,29}{9,01-12,16}$ | $\frac{7,62}{5,41-9,68}$ | $\frac{7,61}{6,53-8,79}$ | $\frac{5,75}{4,06-6,76}$ | $\frac{8,79}{7,43-10,13}$ | $\frac{10,19}{8,33-12,38}$ |
| 520 | 0,6 | $\frac{2,86}{2,25-3,37}$ | $\frac{5,25}{4,27-6,08}$ | $\frac{3,38}{2,70-3,82}$ | $\frac{2,16}{1,80-2,70}$ | $\frac{5,64}{4,27-6,53}$ | $\frac{5,43}{4,51-6,33}$ |
| | 0,9 | $\frac{3,18}{2,26-3,61}$ | $\frac{7,83}{6,30-9,90}$ | $\frac{5,36}{4,27-6,53}$ | $\frac{2,02}{1,57-2,26}$ | $\frac{0,88}{0,71-1,05}$ | $\frac{1,99}{1,33-2,36}$ |
| | 1,2 | $\frac{2,24}{1,80-2,48}$ | $\frac{6,46}{5,40-7,65}$ | $\frac{5,04}{4,05-6,09}$ | $\frac{1,02}{0,70-1,27}$ | $\frac{5,02}{4,05-5,86}$ | $\frac{6,49}{5,31-7,99}$ |
| 560 | 0,6 | $\frac{3,63}{2,51-4,28}$ | $\frac{11,49}{9,23-13,7}$ | $\frac{7,80}{6,08-9,45}$ | $\frac{1,44}{1,15-1,80}$ | $\frac{3,53}{2,93-4,27}$ | $\frac{5,39}{4,43-6,08}$ |
| | 0,9 | $\frac{2,18}{1,80-2,47}$ | $\frac{9,01}{7,43-11,03}$ | $\frac{5,55}{4,28-6,76}$ | $\frac{1,72}{1,37-2,04}$ | $\frac{8,44}{6,98-10,13}$ | $\frac{2,72}{2,04-3,08}$ |
| | 1,2 | $\frac{5,23}{4,05-6,31}$ | $\frac{8,47}{7,21-10,59}$ | $\frac{11,25}{9,01-13,2}$ | $\frac{3,93}{3,24-4,95}$ | $\frac{6,51}{5,06-7,98}$ | $\frac{5,26}{4,08-6,21}$ |
| 600 | 0,6 | $\frac{9,22}{6,75-10,81}$ | $\frac{16,69}{14,41-18,24}$ | $\frac{15,89}{12,85-19,15}$ | $\frac{0,91}{0,72-1,08}$ | $\frac{8,58}{7,21-10,84}$ | $\frac{13,91}{10,81-18,65}$ |
| | 0,9 | $\frac{8,15}{6,98-9,91}$ | $\frac{10,83}{9,00-12,38}$ | $\frac{13,48}{11,03-17,34}$ | $\frac{0,94}{0,71-1,21}$ | $\frac{10,80}{9,23-13,74}$ | $\frac{9,08}{7,21-10,58}$ |
| | 1,2 | $\frac{6,07}{5,41-7,21}$ | $\frac{17,78}{15,54-21,17}$ | $\frac{14,05}{11,93-17,79}$ | $\frac{1,94}{1,64-2,29}$ | $\frac{11,25}{8,61-13,98}$ | $\frac{10,43}{8,55-12,83}$ |

Примітка. У чисельнику наведена середня товщина нітридної зони, а в знаменнику – її мінімальне та максимальне значення для даного режиму азотування.

Для аналізу отриманих результатів та визначення загальних тенденцій впливу параметрів режиму азотування у тліючому розряді на товщину нітридної зони досліджувані залежності для всіх чотирьох сталей були представлені графічно. У якості прикладу на рис. 2 наведені графіки залежності товщини нітридної зони від температури, тиску в розрядній камері та складу газової суміші для сталі 38X2МЮА. Вибір цієї сталі пояснюється її кращою, порівняно з іншими досліджуваними сталями, здатністю до формування заданого експлуатаційними вимогами модифікованого шару у результаті взаємодії поверхні виробу із азотомісткою атмосферою [5].

Відносно невисокі порівняно зі сталлю 40X, а в окремих випадках і сталлю 45, значення товщини нітридної зони можна пояснити впливом легуючих елементів. Відомо, що збільшення вмісту легуючих елементів, особливо нітридоутворюючих, сприяючи підвищенню поверхневої твердості, одночасно приводить до зменшення товщини азотованого шару взагалі та ϵ -фази зокрема [2, с. 149; 5, с. 143; 6, с. 33].

Температура. Для всіх марок сталей з підвищенням температури азотування, як правило, спостерігається збільшення товщини нітридної зони. Окремі відхилення від цієї закономірності можна пояснити взаємним впливом дії окремих параметрів процесу. Так при низькому вмісті азоту у газовій суміші (20 % N + 80 % Ar) навіть за наявності високої температури нітридна зона не розвивається, причому значення її товщини зменшуються у міру зниження тиску (див. рис. 2, а). Слід зазначити, що при температурі азотування вище 600 °С товщина нітридної зони починає зменшуватися, що пов'язано із розпадом нітридів.

Тиск у розрядній камері. Між глибиною модифікованого шару, а також товщиною шару нітридів, та тиском в розрядній камері встановлена залежність екстремального характеру, тобто для певних початкових умов, при виборі яких керуються в першу чергу маркою сталі, з якої виготовлено об'єкт модифікації, існує значення тиску в розрядній камері, коли формуються модифіковані шари максимальних розмірів. Залежно від початкових умов зона максимальних значень товщини нітридної зони відповідає діапазону тисків 0,7...1,1 тора [7], тому в дослідженнях значення тиску були вибрані у цьому діапазоні.

Зниження температури призводить до зміщення оптимального тиску в область менших значень. Так, наприклад, якщо на сталі 38X2МЮА за умов азотування в суміші (50 % N + 50 % Ar) при температурі $T = 600$ °С нітридна зона отримала найвищий розвиток при тиску $p = 1,2$ тор, то при $T = 560$ °С оптимальний тиск становив $p = 0,9$ тор, а при $T = 520$ °С його значення дорівнювало $p = 0,6$ тор.

Склад газової суміші. Аналіз графіків залежності товщини нітридної зони сталі 38X2МЮА від складу азот-аргонної суміші свідчить про те, що найменші значення досліджуваного показника відповідають режимам із найнижчим вмістом азоту, що є цілком природним – газове середовище з переважаючим вмістом аргону має меншу здатність до утворення на поверхні шару нітридів, тому значення товщини нітридної зони зразків, що азотувалися в суміші (20 % N + 80 % Ar) суттєво менші порівняно із значеннями, отриманими для зразків, азотованих у середовищі із більшим вмістом азоту. Отримані результати цілком узгоджуються із наявними даними – зменшення активності насичуючого середовища шляхом введення в плазму інертного газу (саме аргону) рекомендується Б. Н. Арзамасовим у [1] як один з основних способів отримання дифузійного шару без нітридної зони.

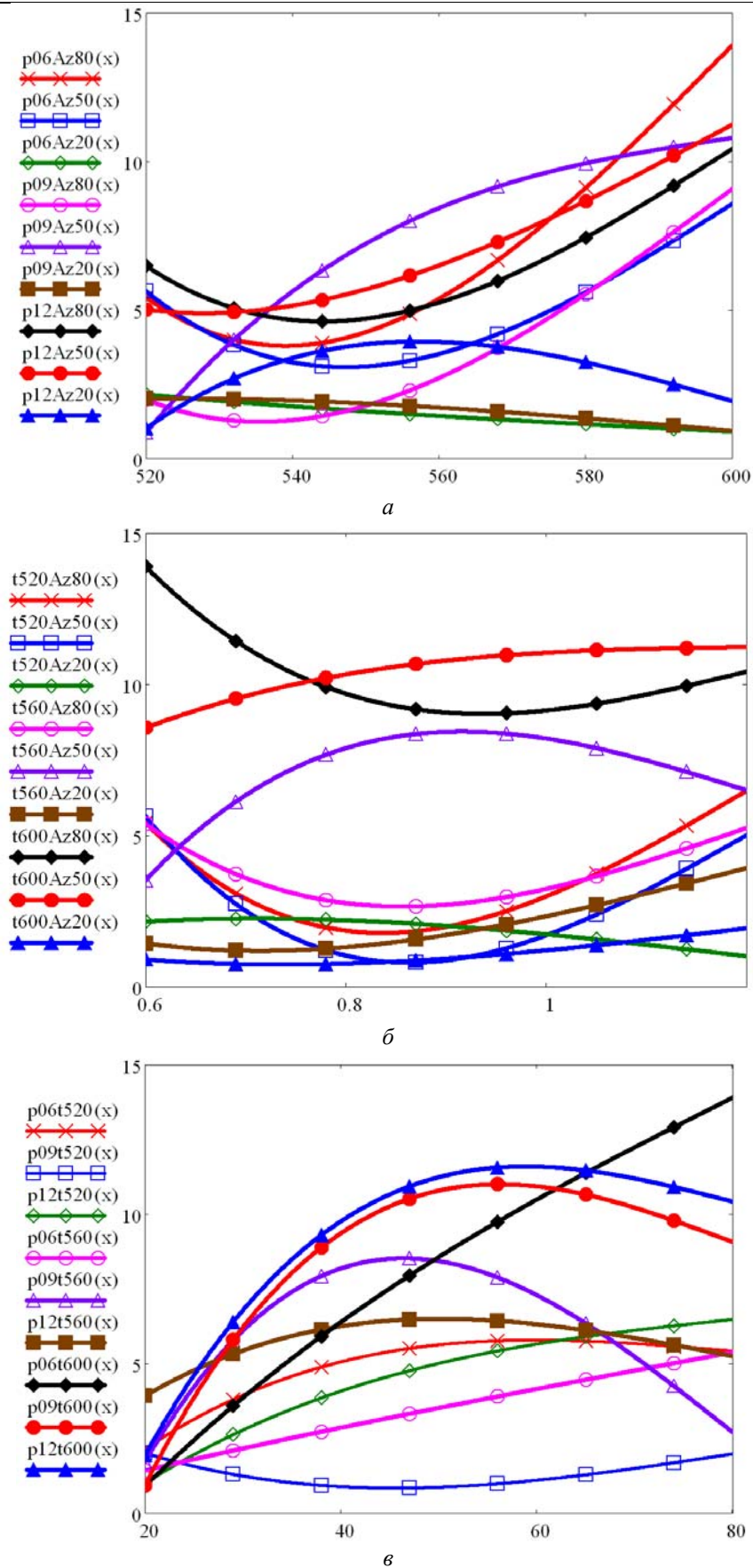


Рис. 2. Залежність товщини нітридної зони сталі 38X2MЮA від режимних параметрів азотування:
 a – температури поверхні; b – тиску в розрядній камері; c – вмісту азоту в газовій суміші

Примітка. Позначення на вертикальній шкалі розшифровуються за прикладом:
 p06t560Az50: тиск – 0,6 тор, температура – 560 °C, вміст азоту у газовій суміші – 50 %.

Вміст аргону, що сприяє максимальному розвитку нітридної зони, як зазначалося у [7], відповідає рівновазі двох компонентів газової суміші, що й підтверджується отриманими результатами проведених досліджень (див. рис. 2, в).

Таким чином, результати аналізу впливу режимних параметрів азотування у тліючому розряді на товщину нітридної зони модифікованого шару загалом узгоджуються з існуючими на сьогодні уявленнями, однак не дозволяють встановити однозначного зв'язку між досліджуваною величиною і кожним із факторів впливу, що зокрема обумовлено складним характером взаємодії цих факторів між собою. Очевидно, що визначення залежностей, що пов'язують температуру азотування, тиск у розрядній камері та склад газової суміші, потребує окремого дослідження.

При виборі технологічних параметрів режимів азотування з метою оптимізації фазового складу та структури модифікованого шару, необхідно враховувати той факт, що при їх призначенні існує певна система пріоритетів. У першу чергу має обиратися температура процесу, оскільки від неї залежить не лише сам перебіг перетворень у поверхневому шарі, але й можливі негативні наслідки, пов'язані з загальним або локальним перегрівом деталі. У цьому випадку виникає небезпека відпуску металу, у результаті чого поверхнева мікротвердість, як і твердість основи, можуть бути навіть меншими, ніж до модифікації. Склад газової суміші і тиск обираються залежно від марки матеріалу. У якості вихідних можуть бути рекомендовані типові технологічні режими безводневого азотування у тліючому розряді, наведені у [8], що були підібрані на основі багаторічних експериментальних та виробничих робіт, виконаних на установках промислового призначення.

Висновок

Проведений аналіз впливу режимних параметрів азотування у тліючому розряді на товщину нітридної зони може становити підґрунтя для визначення основних напрямів регулювання процесу азотування з метою отримання оптимальних характеристик модифікованого шару (структури, фазового складу і товщини), здатних забезпечити необхідний комплекс експлуатаційних властивостей виробів.

Література

1. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеев, Т. А. Панайоти. – М. : Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1999. – 400 с.
2. Лахтин Ю. М. Химико-термическая обработка металлов / Ю. М. Лахтин, Б. Н. Арзамасов. – М. : Metallurgiya, 1985. – 256 с.
3. Пастух І. М. Моделювання розподілу мікротвердості в глибину модифікованого поверхневого шару / І.М. Пастух, Г. М. Соколова, О. С. Здибель // Вісник ХНУ. Технічні науки. – 2014. – № 1. – С. 21–25.
4. Лахтин Ю. М. Диффузионные основы процесса азотирования / Ю. М. Лахтин // Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallrov. – 1995. – № 7. – С. 14–17.
5. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г.-И. Шпис, З. Бёмер. – М. : Metallurgiya, 1991. – 320 с.
6. Лахтин Ю. М. Азотирование стали / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган. – М. : Машиностроение, 1976. – 256 с.
7. Фізико-технічна обробка поверхні металів безводневим азотуванням в тліючому розряді : дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук : 05.03.07 : захищена 8.06.2008 : затв. 16.12.2008 / Пастух Ігор Маркович. – Хмельницький, 2008. – 520 с.
8. Пастух І. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде / И. М. Пастух. – Х. : Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», 2006. – 364 с.

References

1. Ionnyaya khimiko-termicheskaya obrabotka splavov / B. N. Arzamasov, A. G. Bratukhin, Y. S. Yeliseyev, T. A. Panayoti. – Moscow : Izd-vo MGTU im. N.E. Bauman, 1999. – 400 s.
2. Lakhtin Y. M. khimiko-termicheskaya obrabotka metallov / Y. M. Lahtin, B. N. Arzamasov. – Moscow: Metallurgiya, 1985. – 256 s.
3. Pastukh I. M. Modeluvannja rozpodilu mikrotverdosti v glybynu poverhnevogo sharu / I. M. Pastukh, G. M. Sokolova, O. S. Zlybel // Visnyk KHNU. – 2014. – № 1. – S. 21–25.
4. Lakhtin M. Diffuzionnyie osnovy protsessa azotirovaniya / M. Lakhtin // Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov. – 1995. – № 7. – S. 14–17.
5. Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya / Y. M. Lahtin, Y. D. Kogan, H.-Y. Shpitz, Z. Bëmer. – Moscow: Metallurgiya, 1991. – 320 s.
6. Lakhtin Y. M. Azotirovanije stali / Y. M. Lakhtin, Y. D. Kogan. – M. : Mashinostroyeniye, 1976. – 256 s.
7. Fisiso-tekhnichna obrobka poverkhni metalliv bezvodnevym azotuvanniam v tliyuchomu rozrjadi: dysertatsia na zdobuttia naukovoogo stupenia doktora tekhnichnykh nauk: 05.03.07: zakhyschena 08.06.2008: zatv. 16.12.2008 / Pastukh Igor Markovich. – Khmelnytsky, 2008. – 520 s.
8. Pastukh I. M. Theorija i praktyka bezvodородного азотирования в тлеушchem razrjade. – Kharkov, Natsionalnyi nauchnyi tsentr “Kharkovskiy fiziko-tekhnicheskij institut”, 2006 – 364 s.