

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

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ ДЛЯ ГОРЯЧЕЙ И ХОЛОДНОЙ ОБРАБОТКИ

Введение. В настоящее время в промышленности многих стран мира наметилась тенденция к широкому применению ионного азотирования как эффективного метода низкотемпературной химико-термической упрочняющей обработки режущего и штампового инструмента [1, 2].

Технологическими факторами, влияющими на эффективность ионного азотирования, являются температура процесса, продолжительность насыщения, давление, состав и расход рабочей газовой смеси. Конструктивно установка ионного азотирования состоит из рабочей камеры, системы электропитания, газовакуумной системы и системы охлаждения. По конструкции рабочей камеры установки подразделяются на: колпаковые, колпаковые секционные, шахтные и дверные в зависимости от типа изделий, подлежащих упрочняющей обработке. На данный момент в мире используется условно два типа установок ионного азотирования: установки с пассивными «горячими» стенками производства Ionitech (Болгария) [3], ФТИ (Беларусь) [4], Puls-Plasma nitriding Units (Бразилия) [5] и установки с активными «горячими» стенками: PVA Industrial Vacuum Systems GmbH (Plateg) [6] (Германия), ELTROPULS Heat-Treatment-Unit [7] (Германия), RÜBIG Heat Treatment [8] (Австрия), Ionitech (Болгария) [3]. К установкам с горячими пассивными стенками относятся установки, вакуумные камеры которых имеют экранную теплоизоляцию из листового металла – в таких камерах теплообмен между садкой и водоохлаждаемой стенкой происходит через пакет экранов и температура внутреннего экрана, обращенного к садке, зависит от количества экранов и температуры садки [9, 10]. Если в камере отсутствуют теплозащитные экраны, то такую камеру можно классифицировать как «камера с холодными стенками». Недостатком такой конструкции является большой градиент температуры между наружными и внутренними частями садки, а также повышенный расход электроэнергии; как правило, такие установки имеют источники питания большой мощности – сила тока может быть на уровне 2000 А и более [9–11].

В установках с «горячими» стенками нагрев садки деталей комбинированный – частично от стенок, а частично тлеющим разрядом. Цикл разогрева садки в таких установках начинается с разогрева стенки камеры, и детали нагреваются либо конвективно посредством внутреннего вентилятора, либо посредством излучения от стенки до температуры 200–300°C и более, а далее, при достижении в камере определенного вакуума, зажигается разряд и происходит комбинированный нагрев. Скорость охлаждения садки в таких камерах определяется геометрией деталей и плотностью загрузки, и ее можно регулировать путем выбора метода охлаждения – например, в камеру подается азот до определенного давления и включается вентилятор, расположенный внутри камеры, а также вентиляторы снаружи камеры. В некоторых специальных случаях целесообразно проводить охлаждение в плазме, причем в данном случае можно задавать нужный темп охлаждения – это можно осуществлять в установках как с «холодными», так и с «горячими» стенками. Таким образом, в установках с «горячими» стенками для поддержания температуры садки на необходимом уровне можно снизить мощность тлеющего разряда по сравнению с такой же камерой, имеющей «холодные» стенки. Однако следует помнить, что тлеющий разряд должен оставаться аномальным – т. е. вся садка должна быть покрыта свечением разряда.

Несмотря на достаточно широкое применение ионного азотирования в промышленности для упрочнения литейной и штамповой

оснастки из инструментальных сталей, в литературе отсутствуют данные по рассмотрению возможности реализации управления процессом азотирования деталей с точки зрения обеспечения необходимого уровня шероховатости, поскольку задачей упрочняющей обработки штамповой или литейной является, помимо повышения твердости, также и сохранение этой высокой степени чистоты после азотирования. При ионном азотировании разогрев деталей осуществляется в разряде путем ионной бомбардировки поверхности, и уже на стадии разогрева из-за этого может измениться в худшую сторону шероховатость поверхности.

Ранее в работах [12] были рассмотрены вопросы получения упроченного слоя на стали 4X5MФС, определен диапазон изменения плотности потока азота, обеспечивающий формирование азотированного слоя с необходимыми свойствами, а также рассмотрено влияние режима разогрева и выдержки деталей, обеспечивающего минимальное изменение шероховатости поверхности. Эти работы проводились на установке, имеющей экранную теплоизоляцию (установка с пассивными горячими стенками).

Целью настоящей работы является определение области существования тлеющего разряда в аномальном виде для установки с активными горячими стенками применительно к реализации процессов обработки изделий из инструментальных сталей.

Технологические возможности установки ионного азотирования с активными горячими стенками позволяют задавать различный режим разогрева и выдержки – например, основной вклад в разогрев садки деталей может давать горячая стенка, а разогрев тлеющим разрядом служит лишь дополнением. Аналогичная ситуация наблюдается и на стадии выдержки – в зависимости от температуры стенки камеры, обуславливающей величину тепловых потерь садки через излучение, мощность разряда можно варьировать в достаточно широких пределах, однако необходимо помнить о том, что разряд должен оставаться аномальным.

Рассмотрим более подробно вопрос нагрева садки деталей в установке ионного азотирования. При нагреве в разряде садки деталей общей массой m , кг, имеющих температуру t_0 , равную температуре окружающей среды, в момент времени $\tau = 0$ начинает равномерно по объему выделяться мощность P , Вт. Удельная теплоемкость металла садки определяется как $\text{Вт} \cdot \text{с} / (\text{кг} \cdot \text{К})$, коэффициент теплопроводности материала деталей примем $\lambda = \infty$ (то есть перепады температуры внутри деталей садки отсутствуют). По мере нагрева деталей они отдают энергию в окружающую среду через тепловое сопротивление R_T , К/Вт. Тепловое сопротивление в данном случае определяется лучистым теплообменом между нагреваемой внешней источником стенкой камеры с деталями садки.

Энергия, выделяющаяся в деталях садки за время $d\tau$, равняется $P \cdot d\tau$ и расходуется на нагрев массы m на dt и на теплоотвод в окружающую среду. При этом на нагрев тела идет $m \cdot c \cdot dt$, Вт·с, а в окружающую среду уходит $-\frac{t-t_0}{R_T} d\tau$, Вт·с.

Согласно [11], в нагрев садки уходит около 80–85% электрической мощности разряда, определяемой как произведение силы тока на напряжение и коэффициент заполнения (для импульсного источника

Саханько Сергей Александрович, магистр технических наук, преподаватель кафедры технологии машиностроения инженерного факультета Барановичского государственного университета.

Беларусь, БарГУ, 225404, Брестская обл., г. Барановичи, ул. Войкова, 21.

Босяков Михаил Никифорович, к. физ.-мат. н., доцент, научный сотрудник Физико-технического института НАН РБ.

Беларусь, 220141, г. Минск, ул. Купревича, 10.

Нерода Михаил Владимирович, кандидат технических наук, доцент, декан машиностроительного факультета Брестского государственного технического университета.

Беларусь, БрГТУ, 224017, г. Брест, ул. Московская, 267.

питания). Нагрев непосредственно катода – садки деталей определяется произведением плотности тока тлеющего разряда на величину катодного падения потенциала – $U_{КПД}$, которое всегда меньше приложенного напряжения. Для рассматриваемого случая это и есть величина $P = j \cdot U_{КПД}$.

Таким образом, дифференциальное уравнение энергетического баланса для рассматриваемого случая имеет вид:

$$Pd\tau = mc dt + \frac{t - t_0}{R_T} d\tau. \quad (1)$$

Интегрируя это уравнение с учетом того, что при $\tau = 0$ $t = t_0$, получаем:

$$\tau = mcR_T \ln \frac{PR_T}{PR_T - (t - t_0)}; \quad (2)$$

$$t = t_0 + PR_T \left(1 - e^{-\frac{\tau}{mcR_T}} \right). \quad (3)$$

В выражениях, приведенных выше, τ – время нагревания тела от температуры t_0 до t . С увеличением времени нагрева температура тела непрерывно приближается к стационарной – t_{\max} . Как следует из вышеприведенных выражений, время нагрева садки t определяется мощностью, идущей на нагрев, и тепловым сопротивлением системы «садка-стенка».

Вопросы нагрева и выдержки садки для установок с холодными стенками достаточно детально рассмотрены в [14], где показано, что в зависимости от геометрии рабочей камеры, температуры садки и ее излучающей поверхности, количества теплозащитных экранов и степени их черноты, температура внутреннего экрана может отличаться от температуры садки на 70–80 °С. Этот температурный интервал и определяет тепловое сопротивление садки в конкретной камере с холодными стенками. В установках с горячими стенками разность температур между стенкой и садкой может быть практически любой – и эта разность температур будет определять величину тепловых потерь камеры как на стадии разогрева, так и на стадии выдержки.

Параметры режима упрочняющей обработки методом ионного азотирования являются взаимосвязанными, поэтому энергетические характеристики тлеющего разряда не могут в определенной мере выбирать произвольно, так как для обеспечения, например, требуемой температуры для каждой конкретной садки и геометрии разрядной камеры устанавливаются некоторые комбинации энергетических показателей разряда – тока и напряжения разряда. При назначении режима обработки руководствуются, прежде всего, требованиями конструкторской документации по параметрам азотированного слоя – глубине и поверхностной твердости. Особенностью азотирования деталей из инструментальных сталей является то, что из-за наличия в них больших концентраций легирующих элементов, а также углерода, при азотировании возможно образование хрупкого нитридного слоя, который может ухудшить эксплуатационные характеристики изделий после азотирования. 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. Так, например, рабочие поверхности матриц, прижимов и выталкивателей вытяжных штампов, вырубных штампов при штамповке тонколистовых мягких цветных металлов и сплавов и неметаллических материалов; рабочие поверхности пуансонов и матриц зачистных штампов; поверхности качения в блоках с шариковыми направляющими; поверхности подвижных соединений направляющих колонок и втулок в блоках прецизионных штампов должны иметь 10-й класс чистоты [15]. При газовом азотировании, когда отсутствует эффект распыления поверхности вследствие ионной бомбардировки, формообразующий инструмент после азотирования подвергается лишь легкой полировке (практически без уменьшения толщины упрочненного слоя) [14]. Как известно из [12], 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.

Распыление материала начинается после того, как энергия ионов превысит некоторую пороговую энергию – для железа (основа инструментальных сталей) пороговая энергия ионов аргона составляет 14–20 эВ [16]. 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 [14].

В [17] проведено исследование влияния режима обработки – разогрева и выдержки – на характер изменения шероховатости поверхности. В экспериментах средние значения величины параметра J/ρ^2 на стадии разогрева в смеси аргона с небольшими добавками азота и водорода (доля аргона – 90%) в режиме ограничения напряжения на электродах составили $(4,5 \dots 9) \cdot 10^{-4}$ А/м²Па², что 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. Эксперименты проводились по трем различным режимам: базовый: максимальное напряжение – до 650 В, максимальный ток разряда – до 20 А; режим пониженного напряжения: максимальное напряжение – не выше 450 В, ток разряда – не более 15 А и режим низкого напряжения: максимальное напряжение – не выше 350 В, ток разряда – не выше 10 А. Было установлено, что при режиме пониженного напряжения шероховатость поверхности улучшилась на 40–45%, а при режиме низкого напряжения на 70–80% относительно стандартного базового режима обработки. Однако при этом, 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. Избежать этого недостатка можно в том случае, если разогрев садки осуществляется, в основном, излучением от горячей стенки и, частично, тлеющим разрядом. Таким образом, задавая определенную скорость разогрева садки, можно регулировать вклад в разогрев от стенки и от тлеющего разряда. Основным вопросом в данном случае – параметры разряда должны обеспечивать существование его в виде аномального.

Результаты исследований и их обсуждение. Процесс ионного азотирования состоит из нескольких последовательных этапов, характеризующихся определенными технологическими и физическими особенностями. После вакуумирования рабочей камеры до некоторого остаточного давления на деталь-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 600В и более. В течение данного цикла (шага или сегмента процесса) происходит зарождение микродуг, которые очищают поверхности от остатков моющего средства, окислов и других загрязнений. Если же разогрев осуществлять горячей стенкой, то при нагреве поверхности деталей происходит их очистка от остатков влаги, моющего средства путем испарения в вакууме, следовательно, напряжение питания разряда может быть существенно меньше.

Чем меньше на поверхности деталей остатков моющего средства, окислов и других загрязнений, тем меньше времени занимает процесс очистки. После того, как разряд начинает гореть стабильно, 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. В случае камеры с горячими стенками разогрев можно осуществлять в основном стенкой, а на долю тлеющего разряда остается лишь очистка поверхности деталей ионным потоком при невысоком напряжении горения

разряда. При ионном азотировании интенсивность распыления поверхности зависит от величины плотности тока и катодного падения потенциала [18]. Ионы в катодном слое приобретают энергию только на длине свободного пробега, т. е. когда не происходит их перезарядка на атомах или молекулах [14]. 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.

Следовательно, задавая определенное давление в камере и мощность тлеющего разряда в установке с горячими стенками можно обеспечить сохранение высокой чистоты поверхности деталей.

Эксперименты на установке с горячими стенками проводились при давлении в камере 137 Па, температура садки составляла 508–515 °С, площадь обрабатываемой поверхности составляла 12,07 м². Рабочей средой служила смесь газов аргона, азота и водорода. Задачей экспериментов было определение параметров тлеющего разряда – плотности тока и напряжения на электродах – в зависимости от разности температур между садкой и горячей стенкой, которая подогревалась нихромовым нагревателем. Разность температур между садкой и горячей стенкой составляла от 3 до 30 °С. На рисунке 1 приведено изменение напряжения катод-анод, силы тока разряда и плотности тока как функции разности температур садка-стенка.

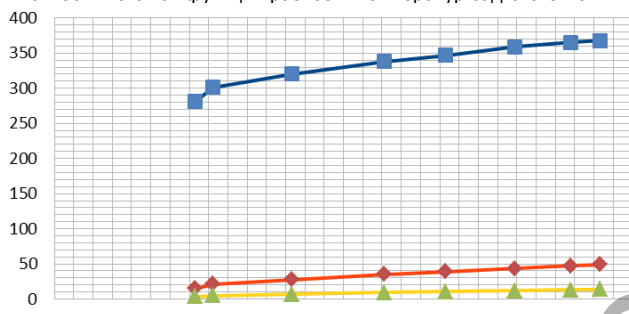


Рисунок 1 – $U, \text{ В}; I, \text{ А}; j, \text{ А/м}^2$ – по оси $y, \Delta T = T_c - T_{cm}, \text{ } ^\circ\text{C}$ – это по оси x ; ■ – напряжение, ◆ – ток, ▲ – плотность тока

Анализ полученных данных показывает, что реальная плотность тока составила от 1,24 до 4,05 А/м² при значении нормальной плотности тока для данной температуры 0,63 А/м². Следовательно, разряд в данном случае существовал в виде аномального, т.е. вся садка деталей была покрыта свечением. С помощью графика из [17] по величине J/ρ^2 было определено значение катодного падения потенциала для данного диапазона разности температур. Соответствующие значения $U_{кп}$ составили от 228 до 320 В, что, по данным работы [17], гарантирует при данном давлении минимальную энергию ионов – ниже порога распыления железа ионами аргона. Ранее [12] было показано, что для формирования азотированного слоя на стали 4Х5МФС, требуемого для штамповой и литейной оснастки из данной марки стали, значение плотности потока азота на стадии выдержки должно быть на уровне 1,5...2 л / час·м². Если считать, что максимальная доля азота в рабочей смеси может достигать 90%, то минимальная допустимая плотность тока должна быть соответственно 1,86... 2,48 А/м², что вполне укладывается в диапазон полученных значений.

Заключение. Проведенные исследования по влиянию разности температур между садкой и горячей стенкой для рабочего диапазона упрочняющей обработки инструментальных сталей методом ионного азотирования на параметры тлеющего разряда показали, что в диапазоне разности температур от 12 °С и выше параметры разряда соответствуют критерию существования его в виде аномального, при

этом обеспечивается необходимая химическая активность разряда и низкое значение катодного падения потенциала, исключая распыление поверхности.

СПИСОК ЦИТИРОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- Берлин, Е. В. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей / Е. В. Берлин, Н. Н. Коваль, Л. А. Сейдман. – М.: Техносфера, 2012. – 464 с.
- Пастух, И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2006. – 364 с.
- Ionitech Ltd – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.ionitech.com>
- Ehe Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences state scientific institution. – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: – <http://www.phti.by>
- Puls-Plasma nitriding Units – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: www.nitron.com.br.
- PVA Industrial Vacuum Systems GmbH – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.plateg.com>.
- ELTROPULS Heat-Treatment-Unit – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.eltropuls.de/>
- RÜBIG Heat Treatment – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.rubig.com/>
- Теория, конструкции и расчеты металлургических печей / Б. С. Матрюков // Расчеты металлургических печей. – М.: Металлургия, 1986 – Т. 2. – 376 с.
- Блинов, В. Установки ионного азотирования: сборник докладов первой научно-технической конференции «Поверхности термични технологии» / В. Блинов, В. Богомолов [и др.] // 4-6 окт. 1989 г., г. Варна, Болгария.
- Босяков, М. Н. Энергетические параметры процессов ионного азотирования на промышленном оборудовании: доклады БГУИР / М. Н. Босяков, А. А. Козлов // The energy parameters of the processes of ion nitriding on industrial equipment. – 2013. – № 3(73). – С. 76–82.
- Саханько, С. А. Исследование влияния параметров процесса ионного азотирования стали 4Х5МФС на характеристики азотированного слоя / С. А. Саханько, М. Н. Босяков, М. В. Нерода – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2017. – Книга 2: Современные методы и технологии создания материалов. – С. 292–302.
- Блох, А. Г. Теплообмен излучением: справочник / А. Г. Блох [и др.] – М.: Энергоатомиздат, 1991 – 432 с.
- Арзамасов, Б. Н. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеев, Т. А. Панайоти – М.: Изд. МГТУ им. Баумана, 1999. – 400 с.
- Файншмидт, Е. М. Химико-термическая обработка инструмента для горячей штамповки / Е. М. Файншмидт, В. Ф. Пегашкин // Митом. – 2000. – № 7. – С. 10–13.
- Жиглинский, А. Г. Массоперенос при взаимодействии плазмы с поверхностью / А. Г. Жиглинский, В. В. Кучинский. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 208 с.
- Босяков, М. Н. Эффективность применения метода ионного азотирования стали 13Х14Н3В2ФР-Ш для обеспечения требуемого её качества / М. Н. Босяков, С. А. Саханько, М. В. Нерода – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2018. – Книга 2 : Современные методы и технологии создания материалов. – С. 145–154.
- Босяков, М. Н. Выбор режима упрочняющей обработки на установках ионного-азотирования промышленного типа / М. Н. Босяков, А. Н. Моисеенко – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2017. – Книга 2 : Современные методы и технологии создания материалов. – С. 50–58.

Материал поступил в редакцию 09.11.2018

SAKHANKO S.A., BOSYAKOV M.N., NIARODA M.V. Technological features of ionic nitriding of products from tool staly for hot and cold processing

Studies on the effect of the temperature difference between the cage and the hot wall for the working range of the hardening treatment of tool steels by ion nitriding on the parameters of the glow discharge, it is found that in the temperature difference range from 12 °С and above the discharge parameters meet the criterion of its existence in the form of an abnormal, while providing the necessary chemical activity of the discharge and a low value of the cathode potential drop, excluding surface spraying.