

УДК 621.785.532

ОПРЕДЕЛЕНИЕ И ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НАГРЕВА ИЗДЕЛИЯ В ПРОЦЕССЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

Ю. Г. Хусаинов¹, Д. Р. Лапицкий², Р. С. Есипов³

¹uldash990@mail.ru, ²LapitskyDR@gmail.com, ³esromles@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 09.02.2018

Аннотация. С целью обеспечения контроля над процессом ионно-плазменного азотирования и уменьшения потерь времени на его прогнозирование разработана математическая модель влияния внешних факторов на температуру подложки. В ходе работы применялись методы полного факторного эксперимента и «черного ящика». Полученная модель позволяет определять и прогнозировать температуру детали с точностью в 92%. Универсальность модели позволяет работать с различными газовыми средами вида N-H-Ar и N-Ar.

Ключевые слова: азотирование; плазма; математическая модель азотирования; моделирование процессов ионно-плазменной обработки; температура подложки; прогнозирование температуры; газовая смесь; полный факторный эксперимент; ПФЭ.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время при изготовлении сложных и ответственных деталей машиностроения, работающих в условиях интенсивного износа, применяют различные методы поверхностного упрочнения [1].

Из всех методов поверхностного упрочнения ионное азотирование является наиболее перспективным, поскольку позволяет упрочнять детали на самой последней стадии технологического процесса, после всех операций термической и механической обработки [1]. Кроме того, ионный процесс оценивается как высокопроизводительный, высокоэффективный, энергосберегающий и экологически чистый [2].

При ионном азотировании температура детали является важным параметром, требующим постоянного контроля. Температура подложки составляет 450–600°C [3].

Чрезмерный нагрев детали способен вызвать структурные изменения материала, приводящие к искажению технологических размеров, тогда как низкая темпера-

тура подложки существенно снизит интенсивность диффузионного процесса, ограничивая производительность [4]. В то же время снижение температуры азотирования сталей ниже 450°C позволяет формировать высокопрочную фазу пересыщенного азотом твердого раствора в диффузионном слое [5].

Таким образом, главным условием качества и производительности ионного процесса является обработка детали при оптимальной температуре подложки.

Обеспечение оптимальной температуры осуществляется подбором рабочих режимов процесса (разность потенциалов подложки и камеры, вакуумное давление в камере, концентрация и химический состав элементов газовой смеси). Зачастую подбор производится эмпирически и занимает колоссальный объем времени, что приводит к существенным экономическим потерям и снижению производительности.

Решение проблемы прогнозирования и контроля температуры может быть найдено путем математического моделирования

процесса. Однако учет внутренних химико-физических взаимодействий увеличивает объем входных данных и усложняет обработку полученной модели. Кроме того, возникает дополнительная погрешность, вызванная неточностью описания физических явлений.

Следовательно, рационально работать только с входными и выходными параметрами, абстрагируясь от внутренних взаимодействий.

В ранее написанных работах, посвященных моделированию ионного процесса [3, 5, 6], температура подложки являлась уже установленным параметром. А вопрос совокупного влияния внешних факторов (рабочих режимов азотирования) на температуру подложки прежде не изучался.

Таким образом, целью данной работы является создание математической модели, позволяющей определять и прогнозировать температуру подложки, исходя из входных параметров процесса.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Из выше написанного следует, что на температуру подложки в процессе ионно-плазменного азотирования влияет целый ряд факторов. С целью исключить из математической модели внутренние физико-химические взаимодействия необходимо использовать метод «черного ящика». Структурная схема метода представлена на рис. 1, где x_i – входные факторы, y_i – значение функции отклика, w_i – случайные возмущающие воздействия.

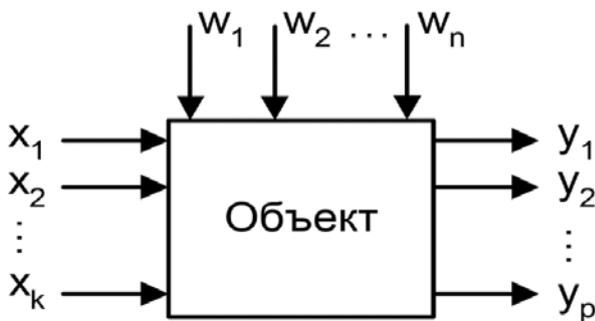


Рис. 1. Структура метода «черного ящика»

Таким образом, используя только входные факторы, удастся уменьшить время на обработку модели и повысить ее

точность, поскольку исключаются погрешности математического описания физико-химических явлений.

Входными факторами, влияющими на температуры подложки при ионно-плазменном азотировании, являются: разность потенциалов подложки и камеры, вакуумное давление в камере, концентрация и химический состав элементов газовой смеси [4]. Следовательно, математическая зависимость температуры подложки от входных факторов представляет собой сложную многофакторную функцию.

При таком количестве независимых входных факторов целесообразно применить метод полного факторного эксперимента (ПФЭ) [7]. Данный метод, основанный на множественной регрессии, позволяет не только получить аналитическое уравнение, но и сократить количество необходимых экспериментов.

Таким образом, совместное применение методов ПФЭ и «черного ящика», обеспечивает получение функции влияния внешних факторов ионного процесса на температуру подложки. Общий вид функции представлен формулой

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{j=1}^n b_j c_j + \sum_{i=1}^n w_i, \quad (1)$$

где y – функция отклика, x_i – входные факторы, K – число факторов, n – число экспериментов по методу ПФЭ, c_i – i -ый элемент множества сочетаний входных факторов, w_i – случайные ошибки наблюдения.

Согласно методу ПФЭ такой вид модели представляет собой результат разложения полинома функции отклика в ряд Фурье. Следовательно, каждый фактор ионного процесса x_i должен иметь общую область определения. Пределы значений параметров ионного процесса должны быть установлена до проведения эксперимента. Кроме того, количественное описание элементов газовой смеси приводит к возникновению недопустимой для метода линейной зависимости между факторами уравнения.

Для исключения линейной связи концентраций элементов газа произведена замена количественных параметров водорода и азота на безразмерный коэффициент k , показывающий их отношение:

$$k = \frac{\mu H_2}{\mu N_2} \quad (2)$$

Данный подход позволяет не только устранить линейную зависимость входных факторов, но и учесть различные химические составы газовой смеси: N-H-Ar и N-Ar.

Учет водородного азотирования является положительным свойством математической модели в связи с интенсификацией процесса при его использовании [8].

Таким образом, входными факторами для модели температуры подложки при ионно-плазменном азотировании являются:

- разность потенциалов, приложенная к подложке и корпусу установки (U, B);
- вакуумное давление в камере ($P, \text{Па}$);
- концентрация аргона ($\mu \text{Ar}, \%$);
- безразмерный коэффициент k .

Границы определения факторов были назначены благодаря статистическим данным лаборатории ионно-плазменной обработки ИАТМ.

Краевые точки областей определения факторов представлены в табл. 1.

Таблица 1
Краевые точки областей определения входных факторов

Фактор	Наименьшее значение	Наибольшее значение
U, B	400	450
$P, \text{Па}$	250	350
$\mu(\text{Ar}), \%$	30	80
k	0	1

Согласно методу ПФЭ комбинацию входных факторов можно представить как точку в многомерном пространстве, характеризующую состояние системы [9].

Функция влияния входных факторов ионного процесса на температуру подложки определится в 4-мерном пространстве, графическое отображение которого после кодирования факторов будет иметь форму гиперкуба, представленного на рис. 2, где точке P соответствует максимальное значение функции отклика, точке A – минимальное.

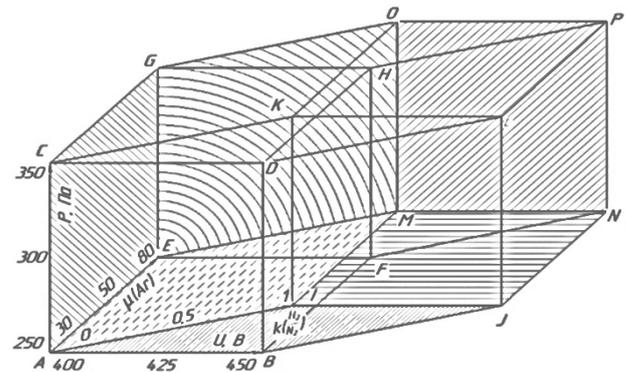


Рис. 2. Гиперкуб пространства определения функции отклика

Кодирование факторов производится согласно методу ПФЭ по формуле

$$z_i = \frac{x_i - x_{cp}}{\Delta x}, \quad (3)$$

где x_{cp} – среднее значение фактора, Δx – дисперсия фактора.

Данное преобразование осуществляется ввиду ограниченности ряда Фурье на интервале $[-1;1]$ и позволяет привести входные факторы к общей области определения.

Доказательства адекватности полученного уравнения влияния параметров азотирования на температуру подложки осуществляется по F -критерию Фишера [7]:

$$F \geq \frac{S_{ab}^2}{S_b^2}, \quad (4)$$

где F – критерий Фишера ($F = 19$ при доверительной вероятности β (чаще всего равной 0,95) [9]); S_{ab}^2 – дисперсия адекватности, S_b – величина ошибки коэффициентов b_i .

ХОД ЭКСПЕРИМЕНТА

Согласно вышеописанной методике была проведена серия экспериментов для получения требуемой выборки данных.

Эксперименты проводились на модернизированной установке ЭЛУ-5, предназначенной для проведения термической и химико-термической обработки в вакууме. Замеры температуры осуществлялись пирометром «Термикс».

Схема установки представлена на рис. 3, где 1 – камера ЭЛУ-5, 2 – крышка камеры ЭЛУ-5, 3 – катод, 4 – анод, 5 – образец, 6 – источник питания, 7 – пирометр, 8 – штатив.

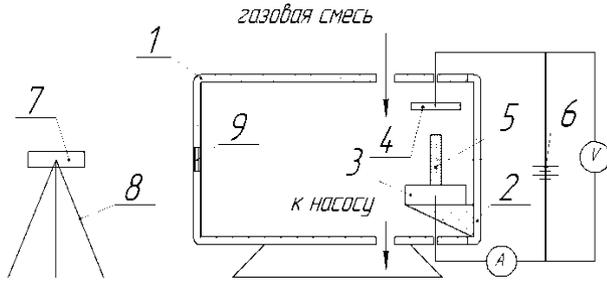


Рис. 3. Схема установки

Полученные результаты эксперимента представлены в табл. 2, где значение режимов ионного процесса приведены в кодированном виде, согласно методике ПФЭ (3).

Таблица 2

Результаты эксперимента

№	$U, В$	$P, Па$	$k(\frac{\mu H_2}{\mu N_2})$	$\mu(Ar), \%$	$T, ^\circ C$
1	-1	-1	-1	-1	432
2	-1	-1	1	1	571
3	-1	-1	-1	1	472
4	-1	-1	1	-1	442
5	1	-1	-1	-1	609
6	1	-1	1	1	794
7	1	-1	-1	1	754
8	1	-1	1	-1	627
9	-1	1	-1	-1	442
10	-1	1	1	1	690
11	-1	1	-1	1	536
12	-1	1	1	-1	486
13	1	1	-1	-1	706
14	1	1	1	1	950
15	1	1	-1	1	889
16	1	1	1	-1	730
17	0	0	0	0	627

Полученные значения функции отклика ($T, ^\circ C$) составят исследуемую выборку, качество которой определится согласно критерию Кохрена:

$$G \leq G_T, \quad (5)$$

где G_T – критерий Кохрена ($G_T=0,3346$ для 2 степеней свободы), G – отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий выборки.

Под качеством выборки мы будем понимать совокупное значение точности и вероятности, при котором полученные значения функции отклика достоверно описывают реальные величины нагрева подложки.

Таким образом, утверждение о качестве выборки позволит доказать следующее неравенство (5):

$$0,29749 \leq 0,3346.$$

Возможность повторения опыта подтверждается дисперсией всего эксперимента (дисперсией параметров оптимизации $S^2(y)$), которую получают в результате усреднения дисперсий всех итераций. При 2 итерациях,

$$S^2(y) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i^2 = 44,6,$$

где (S_i^2) – сумма всех дисперсий эксперимента.

Таким образом, совокупность значений температуры подложки в процессе ионно-плазменного азотирования, полученную в результате эксперимента, можно признать качественной и доказуемой выборкой, которая пригодна для составления математической модели в заданной области определения.

ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

По полученной выборке эксперимента значения коэффициентов входных факто-

ров b_i формулы (1) определяются согласно следующей формуле

$$b_i = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i y_i)}{N}. \quad (6)$$

Значимость кодированных коэффициентов регрессии b_i уравнения (1) определяется условием Стьюдента:

$$\frac{|b_i|}{S_b} \geq t_T, \quad (7)$$

где t_T – число Стьюдента (1,746 для 16 степеней свободы и уровня значимости $\alpha=0,05$)

Полученные значения коэффициентов b_i по (6) и прошедшие проверку согласно (7) приведены в табл. 3.

Таблица 3
Значения кодированных коэффициентов b_i

коэффициент	значение	Условие (5)
$b_1(U, B)$	124,25	15,759285 > 1,746
$b_2(P, Па)$	45,5	5,771006 > 1,746
$b_3(k)$	28,125	3,567243 > 1,746
$b_4(\mu(\text{Ar}))$	73,875	9,369958 > 1,746
$b_{12}(UP)$	15,875	2,013510 > 1,746
$b_{13}(U\mu(\text{Ar}))$	15,5	1,965947 > 1,746
$b_{34}(k\mu(\text{Ar}))$	16,125	2,045219 > 1,746

Кроме того, из общего уравнения можно исключить значение нулевого коэффициента b_0 , поскольку функция отклика определяет только максимальную стабильную температуру в процессе ионного упрочнения при заданных постоянных входных факторах.

Таким образом, искомая математическая модель величины нагрева подложки в процессе ионно-плазменного азотирования имеет следующий вид:

$$T^{\circ}\text{C} = 124,25 \cdot U + 45,5 \cdot P + 28,125 \cdot k + 73,875 \mu(\text{Ar}) + 15,875 UP + 15,5U \mu(\text{Ar}) + 16,125 (k \mu(\text{Ar}))$$

Данное уравнение позволяет описать изменение функции отклика относительно ее среднего значения в ранее указанном пространстве ее значений.

Адекватность полученной модели подтверждается согласно (4) следующим неравенством:

$$F = 19 \geq \frac{S_{ab}^2}{S_b^2} = 4,5.$$

Таким образом, в результате работы была получена математическая модель, позволяющая определять и прогнозировать температуру подложки, исходя из входных параметров процесса ионно-плазменного азотирования.

Модель позволяет спрогнозировать температуру подложки с точностью в 92%. Данную точность можно легко повысить проведением параллельной серии опытов с последующей корректировкой факторных коэффициентов b_i . Результат сравнения эмпирических и расчетных данных представлен в табл. 4.

Таблица 4
Результат сравнения эмпирических и расчетных данных

–	$T, ^{\circ}\text{C}$	$T_{рас}, ^{\circ}\text{C}$	отклонения в %
1	432	402,75	6,770833
2	571	575,75	0,831874
3	472	487,25	3,230932
4	442	426,75	3,450226
5	609	588,5	3,366174
6	794	823,5	3,715365
7	754	735	2,519894
8	627	612,5	2,3126
9	442	462	4,524887
10	690	635	7,971014
11	536	546,5	1,958955
12	486	486	0
13	706	711,25	0,743626
14	950	946,25	0,394737
15	889	857,75	3,515186
16	730	735,25	0,719178
сумма	10130	10032	46,02548
17 Среднее	633,125	627	2,876593

Основываясь на коэффициентах значимости b_i , полученной модели, стало возможным сделать следующие наблюдения:

- Наибольшее влияние на величину нагрева детали оказывает значение приложенной разности потенциалов. Это обусловлено ростом энергии ионов в процессе бомбардировки подложки.

- Также на значение температуры сильное влияние оказывают количественные и качественные характеристики газовой смеси. При этом можно отметить, что чистое количество азота (N_2) оказывает меньшее влияние на рост функции отклика, чем количество водорода (H_2), хотя согласно физическому смыслу процесса нагрева влияние должно быть обратным в счет атомарной массы. Предположительно чистое количество азота уменьшается из-за его перехода в нитриды железа еще в газовой смеси, что может стать подтверждением теории Ю. М. Лахтина [4]. Однако также причиной может стать отмеченная И. М. Пастухом возможность образования водородом более тяжелых соединений с примесными газами и его специфическое поведение в плазменном потоке [4]. Данный вопрос нуждается в дальнейшем более детальном исследовании.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Данная статья описывает процесс создания математической модели, позволяющей определять и прогнозировать температуру подложки, исходя из входных параметров процесса ионного азотирования.

Модель обеспечивает точность определения температуры до 92% с возможностью ее повышения за счет дополнительных серий эксперимента.

В ходе работы с моделью необходимым является перевод факторов в ортогональные базисы, определяемые в пространстве значений функции отклика согласно (3). Выход факторов за пределы пространства приводит к нарушению метода построения модели и, следовательно, к ошибочному результату. Гиперкуб функции отклика может быть расширен за счет повторных расчетов и экспериментов.

Математическая модель отличается комплексным учетом всех входных факторов ионно-плазменного процесса и простой обработки данных.

Дальнейшие исследования предполагается продолжить в направлении моделирования процесса ионного азотирования с целью увеличения уровня контроля и уменьшения временных потерь.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Берлин Е. В, Коваль Н. Н, Сейдман Л. А. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей. М.: Техносфера, 2012. 464 с. [Berlin E. V, Koval N. N., Seidman L. A. *Plasma chemical-thermal treatment of the surface of steel parts*. Moscow: Technosfera, 2012.]
2. Моделирование процесса ионного азотирования / С. А. Герасимов [и др.] // Научное издание МГТУ им. Баумана Наука и Образование, 2013. Т. 19. [S. A. Gerasimov, et al., "Simulation of ion nitriding", (in Russian), in *Nauchnoe izdanie MGTU im. Baumanu Nauka i Obrazovanie*, vol. 19, 2013.]
3. Andres Bernal. Investigation on nitriding with emphasis in Plasma nitriding process, current technology and equipment: Review Article // materials processing Royal institute of technology. Vol. 38.
4. И. М. Пастух. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. // М.: Научное издание ННЦ ХФТИ, 2006. 364 с. [I. M. Pastukh, *The theory and practice of non-hydrogen nitriding in a glow discharge*. Moscow: Nauchnoe izdanie NNC HFTI, 2006.]
5. Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures / L. F. Spevak [et. al.], 2015. [L. F. Spevak, et. al. "Mathematical modelling of plasma nitriding of austenitic stainless steel" (in Russian), in *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015.]
6. Моделирование глубины диффузионного слоя и поверхностной твердости стали при ионном азотировании В. О. Костик [и др.] // Восточно-Европейский журнал передовых технологий [V. O. Kostik, et al., "Modeling of the depth of the diffusion layer and the surface hardness of steel in ion nitriding" (in Russian), in *Vostochno-Evropeskij zhurnal peredovyh tekhnologij*]
7. Реброва И. А. Планирование эксперимента. М.: СиБАДИ Омск, 2010. 107 с. [I. A. Rebrova, *Planning the experiment* (in Russian). Moscow: Si-BADI Omsk, 2010.]
8. Влияние водорода на процесс ионного азотирования аустенитной стали 12X18N10T / Ю. Г. Хусаинов [и др.] // Вестник УГАТУ, 2017. Т. 21, N. 2, С. 24–29. [Yu. G. Khusainov, et. al., "Effect of hydrogen on the process of ion nitriding of austenitic steel 12Kh18N10T" (in Russian), in *Vestnik UGATU*, vol. 21, no. 2 (76), pp. 24-29, 2017]
9. Школяр В. Н. Планирование эксперимента и обработка результатов. М.: Томский Политехнический Университет, 2010. 90 с. [V. N. Shkolyar, *Planning the experiment and processing the results*. Moscow: Tomskij Politekhnikeskij Universitet, 2010.]

ОБ АВТОРАХ

ХУСАИНОВ Юлдаш Гамирович, доц. каф. технол. машиностроения. Дипл. инженер-технолог (УГАТУ, 2012). канд. техн. наук по Металловедению и терм. обработке металлов и сплавов (УГАТУ, 2015). Иссл. структурно-фазовые превращения и свойства поверхностных слоев сталей при ионном азотировании в тлеющем разряде.

ЛАПИЦКИЙ Дмитрий Робертович, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавра в области машин и технологий (УГАТУ, 2017). Иссл. в обл. математического моделирования процессов ионно-плазменного азотирования в плазме тлеющего разряда.

ЕСИПОВ Роман Сергеевич, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. Бакалавр по направлению маш-ие (УГАТУ, 2016). Иссл. в обл. низкотемпературного ионного азотирования сталей с ультрамелкозернистой структурой в водородосодержащей плазме тлеющего разряда.

METADATA

Title: Determination and prediction of temperature in plasma nitriding process substrate.

Authors: Yu. G. Khusainov¹, D. R. Lapitsky², R.S. Esipov³

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹uldash990@mail.ru, ²LapitskyDR@gmail.com, ³esromles@mail.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 22, no. 1 (79), pp. 29-35, 2018. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: To control the ion-plasma nitriding process and reduce the time lost for its prediction, a mathematical model of the influence of external factors on the substrate temperature was developed. In the course of the work, methods of a full factor experiment and a «black box» were applied. The obtained model allows to determine and predict the temperature of the part with an accuracy of 92%. The versatility of the model makes it possible to work with various gas media of the type N-H-Ar and N-Ar.

Key words: nitriding; plasma; mathematical model of nitriding; simulation of ion-plasma processing processes; substrate temperature; forecasting of temperature; gas mixture; full factorial experiment; FPE.

About authors:

KHUSAINOV, Yuldash Gamirovich, Docent, Dept. of Mechanical engineering. Dipl. Process engineer (Ufa State Aviation Technical Univ., 2012). Cand. of Tech. Sci. (MGTU, 2015).

LAPITSKY, Dmitry Robertovich Mast. Student. Bachelor degree in Machine and Technology (UGATU, 2017).

ESIPOV, Roman Sergeevich, Mast. Student, Dept. of Mechanical engineering. Bachelor of Mechanical engineering (UGATU, 2016)