

УДК 621.785.532

В. В. БУДИЛОВ, К. Н. РАМАЗАНОВ**ТЕХНОЛОГИЯ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ГТД
В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ПОЛЫМ КАТОДОМ**

Рассматривается технологический процесс ионного азотирования деталей ГТД в плазме тлеющего разряда в условиях проявления эффекта полого катода (ЭПК). Представлены экспериментальные результаты влияния состава насыщающего газа на поверхностную микротвердость, оценены толщина азотированного слоя и фазовый состав конструкционных сталей при модифицировании плазмой тлеющего разряда с ЭПК. *Ионное азотирование; кристаллическая структура; фазовый состав; эффект полого катода; высокотемпературное модифицирование; тлеющий разряд в вакууме*

ВВЕДЕНИЕ

Для повышения износостойкости, контактной выносливости, коррозионной стойкости, сопротивления усталости поверхности деталей ГТД широко применяется азотирование [1].

Ионное азотирование в плазме тлеющего разряда по сравнению с традиционными методами позволяет добиться ряда важных преимуществ, таких как: высокая скорость насыщения; получение диффузионных слоев заданного фазового состава и строения; высокий класс чистоты поверхности; возможность азотирования пассивирующихся материалов без дополнительной депассивирующей обработки; значительное сокращение общего времени процесса за счет уменьшения времени нагрева, охлаждения садки и исключения промежуточных технологических операций по активации поверхности деталей; большая экономичность процесса за счет увеличения коэффициента использования электроэнергии и сокращения расхода насыщающих газов; экологическая чистота процесса [2, 3].

С целью интенсификации процессов диффузии и, как следствие, увеличение скорости насыщения обрабатываемой поверхности ионами азота, разработан и внедрен новый технологический процесс ионного азотирования в тлеющем разряде с эффектом полого катода [4–6].

Для создания полого катода, на расстоянии 5 ... 7 мм от обрабатываемой поверхности устанавливается специальный экран в виде сетки. Обрабатываемая деталь и экран находятся под отрицательным потенциалом и образуют полость, между ними формирует-

ся плазма с повышенной концентрацией заряженных частиц [7, 8].

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты проводили на модернизированной установке ЭЛУ-5 (рис. 1, а). В качестве рабочего газа использовалась смесь азота, аргона и ацетилена.

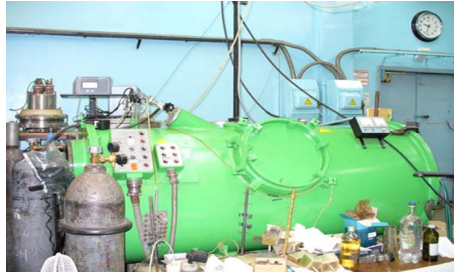
Образцы были выбраны из сталей 16ХЗНВФМБ-Ш (ДИЗ9) 13Х11Н2В2МФ-Ш (ЭИ961) и 38Х2МЮА, применяемых для изготовления нагруженных шестерней, валов и лопаток компресса ГТД. Типовой технологический процесс азотирования в тлеющем разряде осуществляется в промышленной установке «Эльтропульс» (Германия) (рис. 1, б), которая обладает такими существенными недостатками как высокая стоимость оборудования, большая длительность процесса насыщения и необходимость использования балластной загрузки.

Толщина азотированного слоя определялась методом травления прямого микрошлифа. Замеры распределения микротвердости по глубине азотированного слоя проводились на косых шлифах. Эффективная толщина слоя определялась по кривой распределения твердости до значения твердости неазотированного материала.

Замеры микротвердости обрабатываемых образцов осуществлялись на микротвердометре Micromet-5101 при нагрузке 0,49 Н, с последующим выводом на экран ПК с помощью системы OMNIMet.

Для выявления структуры азотированного слоя конструкционных сталей были проведены микроструктурные исследования с помо-

щью светового микроскопа (СМ), а для более детального исследования структуры образцов применялся растровый электронный микроскоп (РЭМ).



а



б

Рис. 1. Установки для проведения процесса ионного азотирования: а — модернизированная многофункциональная установка ЭЛУ-5; б — промышленная установка «Эльтропульс» (Германия)

Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометрах общего назначения ДРОН-4-07 и Shimadzu XRD-6000 с вертикальным гониометром. Весь контроль над работой оборудования, включая проведение измерения, осуществлялся с помощью компьютера.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

С целью определения оптимальных режимов технологического процесса азотирования в тлеющем разряде с эффектом полого катода, были экспериментально определены пороговые значения температуры и времени при различных давлениях как в условиях проявления ЭПК, так и без проявления ЭПК (рис. 2).

Анализ зависимостей температуры поверхности от времени показывает, что применение ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом позволяет увеличить температуру и скорость нагрева поверхности по сравнению с ионным азотированием в тлеющем разряде с плоским катодом. Это объяс-

няется более высоким током тлеющего разряда при применении эффекта полого катода.

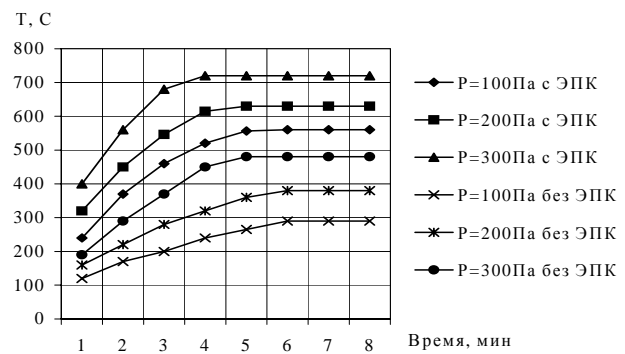


Рис. 2. Зависимости температуры поверхности от времени ($U = 500$ В)

Рабочая температура процесса ($540 \dots 560^\circ\text{C}$) достигается за $2 \dots 3$ мин, причем скорость нагрева определяется соотношением поверхности и массы деталей.

После изотермической выдержки детали охлаждаются до комнатной температуры под вакуумом. При этом скорость охлаждения по сравнению с печным нагревом выше, так как при ионной обработке нагреваются изделия, а нагрев стенок рабочей камеры за счет теплоизлучения и конвекции в условиях разрежения незначителен. Результаты экспериментов приведены в табл. 1.

Из анализа полученных данных установлено, что скорость насыщения ионами азота в тлеющем разряде с ЭПК поверхности конструкционных сталей в 5–6 раз выше по сравнению с типовым технологическим процессом ионного азотирования.

В типовых технологических процессах ионного азотирования в качестве рабочего газа широко используется аммиак с большим процентным содержанием водорода, что прежде всего создает проблемы с точки зрения экологии, а также взрывоопасности. Главным недостатком применения аммиака в качестве рабочей среды является факт водородного охрупчивания, хотя твердость поверхности при прочих равных условиях всегда выше, чем при использовании безаммиачных газов. Однако для обеспечения целого ряда эксплуатационных свойств существенным являются не только высокие показатели твердости поверхностного слоя, но и характеристики пластичности [9].

В работе были проведены исследования влияния состава рабочих газов на процесс азотирования и микротвердость поверхности образцов из стали 13X11N2B2MФ-Ш. При

проведении эксперимента в качестве рабочих газов использовались:

- смесь азота с аргоном (N_2 75%, Ar 25%);
- смесь азота, аргона и ацетилена (N_2 50%, Ar 45%, C_2H_2 5%).

Технологические режимы изменялись в следующих пределах: давление в камере $P = 50-300$ Па; напряжение горения разряда $U = 300-600$ В; ток разряда $I = 100-540$ мА; плотность тока разряда $j = 12-27$ мА/см². Температура обрабатываемых образцов составляла $T = 550^\circ$ С, а длительность азотирования $t = 3$ часа.

Результаты замеров микротвердости с поверхности образцов из стали 13X11H2B2MФ-III приведены в табл. 2.

В результате проведенных исследований было установлено, что изменение технологических режимов в указанных диапазонах, при азотировании в смеси азота с аргоном (N_2 75%, Ar 25%) не эффективно для стали 13X11H2B2MФ-III. Это объясняется тем, что при распылении обрабатываемой поверхности происходит разрушение оксидной пленки и диссоциация кислорода, который пре-

пятствует проникновению азота вглубь обрабатываемой поверхности. Для дезактивации кислорода, при азотировании стали в тлеющем разряде, необходимо наличие в рабочем газе небольшого количества водорода.

При азотировании в смеси азота, аргона и ацетилена (N_2 50%–Ar 45%– C_2H_2 5%) на различных режимах наблюдается увеличение твердости на поверхности до ≈ 11500 МПа. При этом максимальная поверхностная микротвердость была получена при давлении $P = 100$ Па.

Выполненные исследования также показали возможность проведения процесса ионного азотирования в тлеющем разряде при рабочем давлении $P = 50$ Па. Поверхностная микротвердость азотированного слоя при давлении $P = 50$ Па составила 11200 МПа.

На рис. 3 показана структура стали 38X2MЮА после ионного азотирования в тлеющем разряде с ЭПК.

Таблица 1

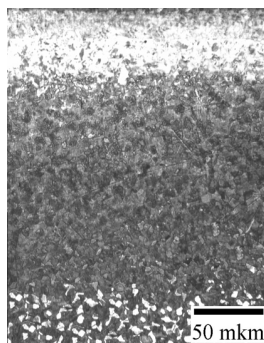
Толщина и твердость азотированного слоя

| Технологический процесс ионного азотирования | | Режимы ионного азотирования | | | | | Исходная микротвердость, МПа | Толщина слоя, мм | Поверхностная микротвердость после азотирования, МПа |
|--|--------------------------------|-----------------------------|------------------|---------------|---------------|----------------|------------------------------|------------------|--|
| | | $t, ^\circ\text{C}$ | $\tau, \text{ч}$ | $U, \text{В}$ | $I, \text{А}$ | $P, \text{Па}$ | | | |
| 16X3HВФМБ-III | Типовой ТП ("Эльтропульс") | 600 | 18 | 600 | 0,15 | 750 | 4170 | 0,15 | 12100 |
| | Разработанный ТП с ЭПК (ЭЛУ-5) | 550±10 | 6 | 450 | 0,5 | 100 | | 0,25 | 12400 |
| | | | 3 | | | | | 0,19 | 12600 |
| 13X11H2B2MФ-III | Типовой ТП ("Эльтропульс") | 600 | 18 | 600 | 0,15 | 750 | 4050 | 0,2 | 11100 |
| | Разработанный ТП с ЭПК (ЭЛУ-5) | 550±10 | 6 | 450 | 0,5 | 100 | | 0,30 | 11250 |
| | | | 3 | | | | | 0,25 | 11500 |
| 38X2MЮА | Типовой ТП ("Эльтропульс") | 600 | 18 | 600 | 0,15 | 750 | 2830 | 0,2 | 9800 |
| | Разработанный с ЭПК (ЭЛУ-5) | 550±10 | 6 | 450 | 0,5 | 100 | | 0,30 | 9810 |
| | | | 3 | | | | | 0,22 | 10050 |

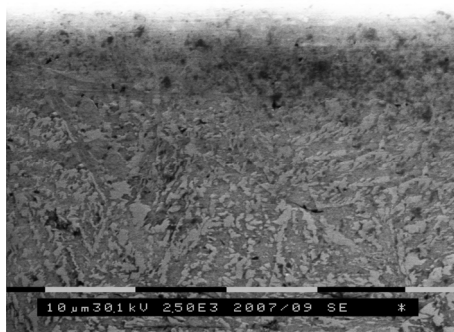
Таблица 2

Микротвердость с поверхности азотированных образцов

| Состав среды | Плотность тока разряда J , мА/см ² | Давление в камере P , Па | HV ₅₀ , МПа | |
|--|---|----------------------------|------------------------|--------------------|
| | | | До азотирования | После азотирования |
| N ₂ 50% - Ar 50% | 27 | 200 | 4050 | 4050 |
| | 21 | 100 | | |
| | 13,5 | 50 | | |
| N ₂ 50% - Ar 45% - C ₂ H ₂ 5% | 27 | 200 | 4050 | 11070 |
| | 21 | 100 | | 11500 |
| | 13,5 | 50 | | 11200 |



а



б

Рис. 3. Микроструктура стали 38X2MЮА после ионного азотирования в тлеющем разряде с ЭПК при $T = 550^\circ\text{C}$, $t = 3$ часа, $P = 100$ Па, $I = 0,5$ А, $U = 450$ В; а – СМ×50; б – РЭМ×2500

Анализ структуры сталей, прошедших азотирование (рис. 3), показал наличие карбонитридной и нитридной зоны, состоящей из нитридов основного металла и легирующих элементов, а также α -фазу насыщенную азотом. На рисунках видно, что структура карбонитридной и нитридной зоны ультрамелкозернистая. Переход от азотированного слоя к нижележащим слоям плавный, что является одним из основных требований к азотированному слою.

Детальное исследование фазового состава поверхности и зоны внутреннего азоти-

рования проводили с использованием рентгеноструктурного анализа, который показал, что на поверхности образца из стали 38X2MЮА после ионного азотирования в тлеющем разряде с ЭПК при температуре $T = 550^\circ\text{C}$, обнаружены рефлексы ε -фазы $\text{Fe}_{2-3}(\text{N})$, $\text{Fe}_{2-3}(\text{N},\text{C})$, γ' -фазы Fe_4N , $\text{Fe}_4(\text{N},\text{C})$, а также фазы, состоящие из нитридов и карбонитридов хрома (CrN , $\text{Cr}(\text{N},\text{C})$, Cr_2N , $\text{Cr}_2(\text{N},\text{C})$). Вследствие обработки в смеси азота, аргона и ацетилена (N₂ 50%, Ar 45%, C₂H₂ 5%) на поверхности выявлены рефлексы карбонитридов $\text{Fe}_4(\text{N},\text{C})$, $\text{Cr}(\text{N},\text{C})$, $\text{Cr}_2(\text{N},\text{C})$, а также карбидов хрома и железа (Cr_7C_3 , $(\text{Cr},\text{Fe})_7\text{C}_3$, Cr_3C_2), что также свидетельствует о интенсивной диффузии углерода из основы к поверхности и обогащения γ' -фазы углеродом.

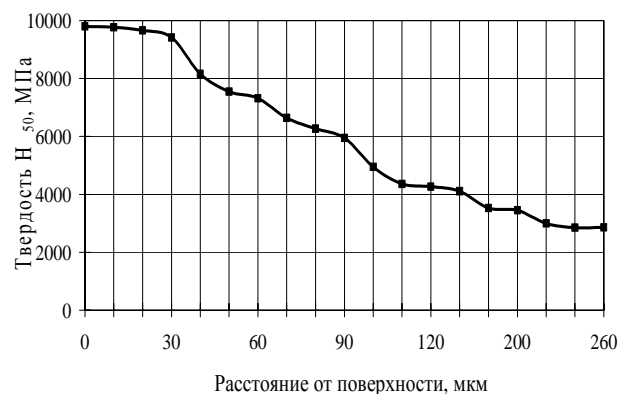


Рис. 4. Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя после азотирования в тлеющем разряде с ЭПК для стали 38X2MЮА при $T = 550^\circ\text{C}$, $t = 3$ часа, $P = 100$ Па, $I = 0,5$ А, $U = 450$ В

На рис. 4 показано изменение микротвердости по глубине азотированного слоя образца из стали 38X2MЮА, обработанного в тлеющем разряде с полым катодом при температуре 550°C .

Анализ изменения микротвердости по глубине азотированного слоя показал, что ионное азотирование обладает важным преимуществом перед типовым процессом в характере распределения микротвердости по толщине слоя. При насыщении в азотной плазме не происходит понижение твердости непосредственно под нитридной зоной, характерное для обычного насыщения в аммиаке, т. е. наблюдается более плавное снижение твердости по толщине диффузионной зоны.

ВЫВОДЫ

Анализируя полученные в работе результаты можно сделать следующие выводы:

- установлено, что в исследованных диапазонах режимов обработки азотирование в смеси азота с аргоном (N_2 75%, Ar 25%) неэффективно для сталей. Установлено, что использование предложенной смеси азота, аргона и ацетилена (N_2 50%–Ar 45%– C_2H_2 5%) на различных режимах азотирования позволяет дезактивировать остаточный кислород и эффективно проводить процесс диффузионного насыщения, при этом наблюдается увеличение твердости на поверхности до ≈ 11500 МПа;
- установлено, что в условиях проявления ЭПК скорость насыщения и толщина азотированного слоя существенно выше, несмотря на более низкое напряжение горения разряда;
- разработанная технология ионного азотирования, основанная на фазовом модифицировании в тлеющем разряде с полым катодом, позволяет получать диффузионные слои заданного фазового состава, а также значительно сократить общее время обработки в 2–4 раза, энергозатраты и расход насыщающих газов. Ионное азотирование в плазме тлеющего разряда с ЭПК приводит к интенсификации процесса насыщения и обеспечивает высокую кинетическую эффективность процесса по сравнению с традиционным ионным азотированием.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Лахтин, Ю. М.** Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г. Й. Шпис, З. Бемер. М. : Металлургия, 1991. 320 с.
2. **Арзамасов, Б. Н.** Химико-термическая обработка металлов в активизированных газовых средах / Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеев, Т. А. Панайоти. М. : Изд-во МВТУ им. Баумана, 1999. 400 с.
3. **Чаттерджи-Фишер, Р.** Азотирование и карбонитрирование / Р. Чаттерджи-Фишер. М. : Металлургия, 1990. 280 с.
4. **Будилов, В. В.** Использование разряда с полым катодом для обработки поверхности конструкционных материалов / В. В. Будилов, С. Р. Шехтман, Р. М. Киреев // Физика и химия обработки материалов. 2001. № 2. С. 31–35.
5. **Будилов, В. В.** Осаждение вакуумных ионно-плазменных покрытий на лопатки турбины ГТД с использованием разряда на основе эффекта полого катода / В. В. Будилов, С. Р. Шехтман, Н. Ф. Измайлова // Изв. вузов. Авиационная техника. 2001. № 1. С. 76–77.
6. **Будилов, В. В.** Технология ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом / В. В. Будилов, Р. Д. Агзамов, К. Н. Рамазанов // МиТОМ. 2007. № 7. С. 25–29.
7. **Будилов, В. В.** Способ поверхностного упрочнения деталей : пат. на изобр. № 2275433, МПК 7, C21D1/09, C21D1/38 от 16.11.2004 / В. В. Будилов, Р. Д. Агзамов, К. Н. Рамазанов.
8. **Будилов, В. В.** Способ азотирования изделий в тлеющем разряде с эффектом полого катода : пат. на изобр. № 2276201, МПК 7, C23C8/36, C23C8/80 от 09.11.2004 / В. В. Будилов, Р. Д. Агзамов, К. Н. Рамазанов.
9. **Пастух, И. М.** Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде / И. М. Пастух. Харьков : Изд-во ННЦ ХФТИ, 2006. 364 с.

ОБ АВТОРАХ

Будилов Владимир Васильевич, проф. каф. технол. машиностроения. Дипл. инж.-мех. (УАИ, 1969). Д-р техн. наук по тепл. двигателям ЛА (защ. в МАИ, 1995). Иссл. физ. процессов в низкотемпературной плазме, вакуумных ионно-плазменных технологий обработки.



Рамазанов Камиль Нуруллаевич, асп. той же каф. Дипл. инж.-техн. машиностроит. производств (УГАТУ, 2004). Готовит дис. о вакуумных ионно-плазм. методах модифицирования поверхности.

