

К. Н. Рамазанов, Д. З. Ишмухаметов, Н. С. Садкова

## ИОННОЕ АЗОТИРОВАНИЕ В НЕОДНОРОДНОЙ ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА

Рассмотрены характеристики неоднородной плазмы тлеющего разряда с полым катодом. Экспериментально подобраны режимы азотирования для упрочнения поверхности конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш путем создания регулярной макронеоднородной структуры. Приведены результаты влияния неоднородной плазмы при импульсном режиме обработки на структуру и микротвердость обрабатываемой поверхности. *Ионное азотирование; тлеющий разряд; полый катод; неоднородная плазма; макронеоднородная структура*

### ВВЕДЕНИЕ

Ресурс работы деталей машин и механизмов в значительной степени определяется усталостной прочностью, а также способностью сопряженных пар трения сопротивляться изнашиванию.

В настоящее время распространение получили различные способы химико-термического упрочнения (азотирование, нитроцементация и др.). Однако использование данных способов не всегда позволяет обеспечить требуемые свойства поверхностного слоя, при этом зачастую их использование не всегда экономически целесообразно. В связи с этим актуальным является разработка наукоемких и ресурсосберегающих технологий, позволяющих получать естественно армированные поверхности материалов с высокой конструкционной прочностью, а также сочетать в одном материале различные физические свойства (высокая прочность, высокая коррозионная и износостойкость, высокие антифрикционные свойства и др.).

Известен целый ряд исследований и технологий, предусматривающих целенаправленное изменение свойств поверхностного слоя, основанных на различных механических, химико-термических, тепловых воздействиях и др. [1–3].

В работе [4] было предложено использовать тлеющий разряд с полым катодом для обработки поверхности конструкционных материалов.

В работе [5] установлено, что при азотировании в тлеющем разряде с полым катодом на поверхности катода формируется неоднородный по глубине азотированный слой.

Целью данной работы является исследование возможности упрочнения поверхности конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш, на основе проведенного анализа характеристик неоднородного тлеющего разряда с полым катодом,

путем создания регулярной макронеоднородной структуры, что позволит, по сравнению с традиционными методами, добиться ряда важных преимуществ: большая скорость насыщения, получение диффузионных слоев заданного фазового состава, высокий класс чистоты поверхности, возможность азотирования пассивирующихся материалов без дополнительной обработки, значительное сокращение общего времени процесса за счет уменьшения времени нагрева и охлаждения обрабатываемых деталей, повышение коэффициента использования электроэнергии, сокращение расхода насыщающих газов; процесс нетоксичен и отвечает требованиям по защите окружающей среды.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты проводили на установке ЭЛУ-5, которая была переоборудована для ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом.

Для обработки в тлеющем разряде с полым катодом, на расстоянии 3–5 мм от обрабатываемой поверхности устанавливается специальный экран (рис. 1). Обрабатываемая деталь и экран находятся под отрицательным потенциалом и образуют полость, между ними формируется неоднородная плазма с повышенной концентрацией заряженных частиц [6].

Разряд зажигался в объеме вакуумной камеры между анодом и катодом, выполненными в виде пластин. При этом площадь анода и катода равны. Исследование характеристик разряда осуществляли зондовым методом. Изучали влияние технологических параметров обработки, таких как давление в вакуумной камере, частота импульсов, скважность, на вольт-амперные характеристики, а также на образцы из конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш. В качестве рабочего газа использовали аргон и смесь азота, аргона и ацетилена ( $N_2$  50% + Ar 25% +

+ C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 25%). Технологические режимы изменялись в следующих пределах: давление в камере  $p = 5\text{--}300$  Па, напряжение горения разряда  $U = 250\text{--}650$  В, температура нагрева образцов  $t = 300\text{--}550$  °С.

Для исследования структуры образцов применялся оптический микроскоп Nikon Type 120, а для ее более детального исследования – растворный электронный микроскоп GSM 6390 (JEOL).

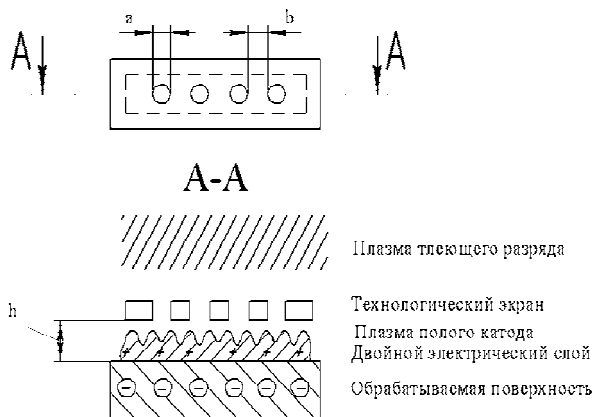


Рис. 1. Схема формирования тлеющего разряда с эффектом полого катода

Замеры микротвердости выполняли на микротвердомере Micromet-5101 при нагрузке 0,49 Н, с последующим выводом на экран ПК с помощью системы OMNIMet.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Одной из основных характеристик тлеющего разряда является вольт-амперная характеристика (ВАХ). Существенное влияние на нее оказывают рабочее давление ( $p$ ), форма электродов, конфигурация экрана.

Вольт-амперная характеристика разряда с технологическим экраном и с плоским катодом при различных давлениях представлена на рис. 2.

Анализ ВАХ разряда показал, что увеличение напряжения горения тлеющего разряда приводит к увеличению тока разряда. С увеличением давления увеличивается число заряженных частиц (положительных ионов), которые, ударяясь о поверхность катода, выбивают большее количество электронов, в связи с чем ток разряда также увеличивается.

При заданном давлении увеличение напряжения приводило к тому, что разряд проникал глубже в полость между катодом и экраном, что также подтверждается в работе [7].

В тлеющем разряде с плоским катодом при высоких давлениях происходит переход из нормального в аномальный тлеющий разряд. При тех же условиях в разряде с полым катодом в полости между катодом и экраном протекает нормальный тлеющий разряд. Возможным объяснением данного наблюдения является то, что при давлениях 25, 35 Па, с одной стороны, степень ионизации осциллирующими электронами не столь высока, с другой – для данного рабочего газа эффект полого катода (ЭПК) в значительной степени зависит от давления газа и диаметра отверстий, он возникает лишь в строго определенном интервале давлений. Вольт-амперная характеристика разряда с плоским катодом при различных давлениях и режимах разряда представлена на рис. 3, 4.

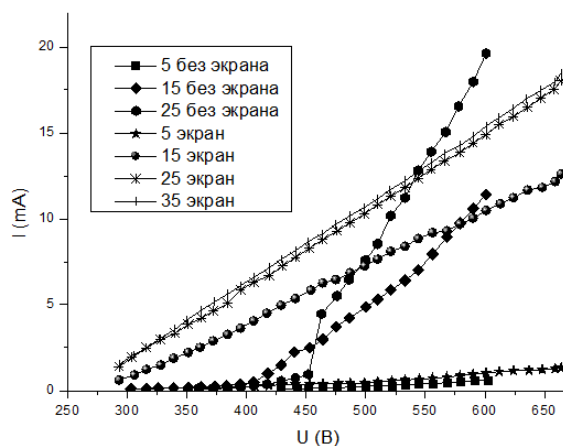


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика тлеющего разряда с плоским и полым катодом при различных давлениях

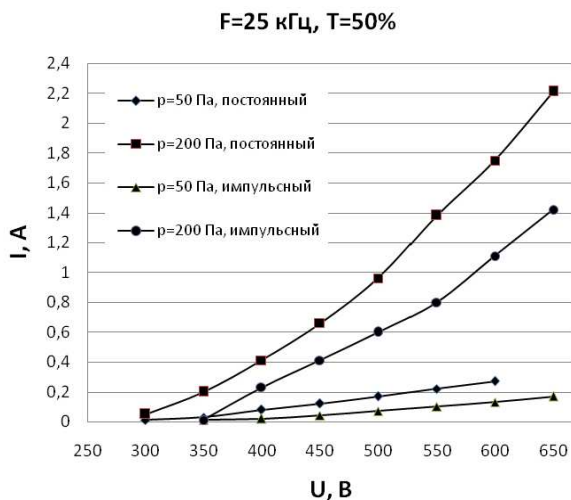


Рис. 3. Зависимость ВАХ от давления  $p$  при импульсном и постоянном режиме

Характер роста кривых при увеличении давления объясняется тем, что вероятность столкновения частиц в объеме возрастает, увеличивается вероятность ионизационных процессов, и плотность тока возрастает.

Существует различие между непрерывным и импульсным режимом работы, которое видно из рис. 3, это связано с тем, что при импульсном режиме средняя мощность очень мала по сравнению с пиковой, а при непрерывном режиме средняя мощность составляет примерно половину пиковой, т. е. она того же порядка, что и максимальная мощность.

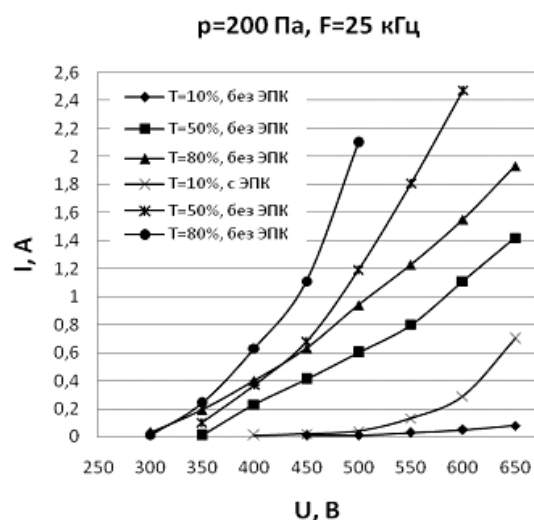


Рис. 4. Зависимость ВАХ с ЭПК и без ЭПК при импульсном режиме от скважности  $T$

Таким образом, при увеличении давления, частоты и скважности значение тока возрастает. При низком значении скважности эффект практически не проявляется. При максимальных значениях  $F$  и  $T$  значения токов получаются почти одинаковыми с постоянным режимом, то есть значения токов такие же, но нет дефектов, связанных с образованием микродуг.

На основе анализа полученных результатов для азотирования конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш был предложен следующий режим: очистку тлеющим разрядом проводили при давлениях 15 Па в среде аргона. Насыщение проводили при температуре 550 °С в импульсном режиме обработки ( $F = 50 \text{ кГц}$ , скважность 80%). В качестве рабочего газа использовалась смесь азота, аргона и ацетилена ( $\text{N}_2 \text{ 50\%} + \text{Ar 25\%} + \text{C}_2\text{H}_2 \text{ 25\%}$ ). Влияние состава рабочего газа на процесс азотирования показано в работе [6]. Образцы подвергались:

- предварительной ионной чистке при давлении  $p = 50 \text{ Па}$ ,  $I = 0,2 \text{ А}$ ,  $U = 650 \text{ В}$ , в про-

цессе катодного распыления температура поверхности не превышала  $T = 250 \text{ °С}$ . Время очистки составляло 15 минут;

- азотированию в тлеющем разряде, при давлениях  $p = 300 \text{ Па}$ ,  $I = 600 \text{ мА}$ ,  $U = 650 \text{ В}$ , температура поверхности составила  $T = 550 \text{ °С}$ . Обработка проводилась в течение 4 часов.

Результаты замеров микротвердости приведены в таблице.

Из анализа полученных результатов следует, что помимо общего упрочнения поверхности происходит более высокое зонное упрочнение (таблица). При этом на поверхности формируется характерный макрорельеф, с выраженной границей раздела. Максимальная микротвердость установлена в зоне 2 (рис. 5), это вызвано интенсификацией процесса насыщения вследствие увеличения концентрации азота в этой области под действием неоднородной плазмы, которая возникает в результате осцилляции электронов в местах локального проявления полого катода. Минимальное значение поверхностной микротвердости установлено в зоне 1, так как эта область перекрыта поверхностью экрана.

Микроструктура конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш, подвергнутой азотированию в тлеющем разряде с полым катодом, представлена на рис. 6. Анализ микроструктуры конструкционной стали 13X11H2B2MФ-Ш после азотирования показывает наличие неоднородной по толщине нитридной и диффузионной зоны (рис. 6, а), вследствие применения специальных экранов и создания условий для возникновения неоднородной плазмы тлеющего разряда. Установлено уменьшение толщины диффузионной зоны при увеличении нитридного слоя. Известно [8], что скорость перемещения атомов азота в нитридной зоне ниже по сравнению с диффузионной. Прослеживается отчетливое разделение по зонам. При этом переход от азотированного слоя к нижележащим слоям плавный, что является одним из основных требований к микроструктуре азотированной стали [8]. Поскольку исследуемая сталь содержит в небольших количествах различные нитридообразующие элементы (Mo, V, Ni, Cr и др.), можно предположить, что нитридная фаза имеет сложный состав.

Нитридные частицы образуют скопления в виде объемных и округлых выделений размером от 2 до 4 мкм. Наряду с хаотически распределенными частицами, имеются направленные цепочки нитридов вытянутой формы, размер которых изменяется в диапазоне от 50 до 230 мкм (рис. 6, б).

### Микротвердость с поверхности азотированных образцов

Материал	Исходная микротвердость $H_v$ , МПа	Зоны упрочнения			Время насыщения $\tau$ , ч	Давление $P$ , Па	$T$ , °C
		1, $H_v$ , МПа	2, $H_v$ , МПа	3, $H_v$ , МПа			
13X11H2B2MФ-Ш	4730	5860	16700	11500	4	300	550

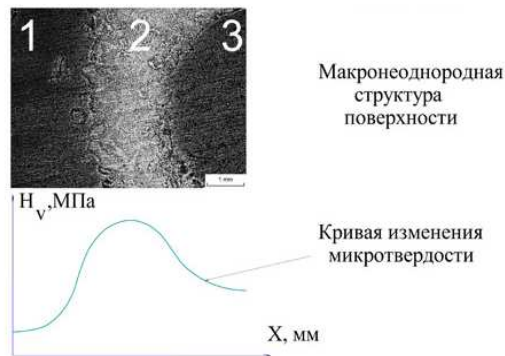


Рис. 5. Макронеоднородная структура на поверхности стали 13X11H2B2MФ-Ш

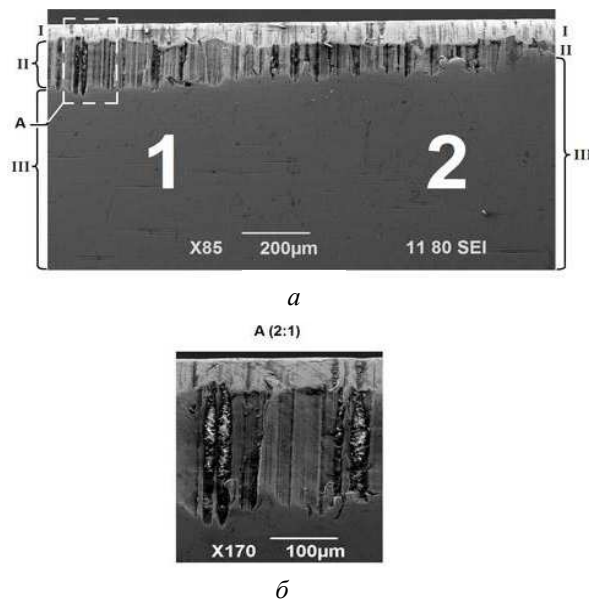


Рис. 6. Микроструктура стали 13X11H2B2MФ-Ш после азотирования в тлеющем разряде с полым катодом: I – слой нитридов, II – диффузионный слой, III – основа

### ВЫВОДЫ

1. Установлено, что:

- при увеличении напряжения горения с плоским катодом происходит монотонное увеличение тока разряда, затем отмечается небольшой излом, после которого ток разряда растет быстрее. Рост тока с ростом напряжения

свидетельствует об аномальности разряда. Немонотонность характеристики, по-видимому, указывает на пороговый характер процессов в разряде [9];

- при давлениях порядка 5 Па эффект положительного катода не проявляется в связи с низкой концентрацией частиц в объеме камеры;
- при повышении давления интенсивность свечения в зоне ЭПК увеличивается;
- в тлеющем разряде с плоским катодом при повышении давления происходит переход из нормального в аномальный тлеющий разряд. В разряде с полым катодом в полости между катодом и экраном протекает нормальный тлеющий разряд.

2. Установлено, что помимо общего упрочнения поверхности происходит более высокое зонное упрочнение вследствие применения специального экрана, формирующего неоднородную плазму.

3. Установлено, что ионное азотирование в неоднородной плазме тлеющего разряда позволяет проводить структурно-фазовое модифицирование сталей и сплавов, которое будет зависеть не только от температурно-временных параметров процесса обработки, но и от концентрации заряженных частиц в прикатодной области. Из анализа структурно-фазового состояния следует, что полый катод, формируемый с помощью специального экрана, является эффективным инструментом создания регулярной макронеоднородной структуры.

4. На сегодняшний день материалы с регулярной макронеоднородной структурой на поверхности не нашли широкого применения из-за малой изученности физических процессов, происходящих при таком упрочнении. Однако в обозримом будущем создание таких материалов найдет свое применение в авиации и машиностроении ввиду наличия множества свойств.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Патент на изобретение РФ №2015202 МПК 7, С23С10/02. Способ упрочнения поверхности детали / Н. Н. Зубков [и др.]. 30.06.1994.

2. **Малинов Л. С.** Получение макронеоднородной регулярной структуры в сталях методами дифференцированной обработки // МиТОМ. 1997. № 4. С. 7–11.

3. **Андросов А. П., Алексеенко С. И., Бояркин И. В.** Лазерная закалка клапана дизельного двигателя // Новые материалы и упрочняющие технологии на основе прогрессивных методов термической и химико-термической обработки в автостроении. М., 1986. С. 153–154.

4. **Шехтман С. Р., Будилов В. В., Киреев Р. М.** Использование разряда с полым катодом для обработки поверхности конструкционных материалов // Физика и химия обработки материалов. 2001. № 2. С. 31–35.

5. **Крендель Ю. Е., Лемешев Н. М., Слосман А. И.** Эффект полого катода при азотировании в тлеющем разряде // Электронная обработка материалов. 1990. № 6. С. 38–47.

6. **Будилов В. В., Агзамов Р. Д., Рамазанов К. Н.** Технология ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом // МиТОМ. 2007. № 7. С. 25–29.

7. **Яноши С., Колошвари З., Киш А.** Контролируемый эффект полого катода: новые возможности для нагрева печей низкого давления // МиТОМ 2004. № 7. С. 45–51.

8. **Лахтин Ю. М., Коган Я. Д., Шпис Г. И.** Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991, 320 с.

9. **Гырылов Е. И.** Тлеющий разряд в трубчатой катодной полости // ЖТФ. 2001. Т. 71. Вып. 2. С. 137–138.

## ОБ АВТОРАХ

**Рамазанов Камиль Нуруллаевич**, доцент каф. технол. машиностр. Дипл. инженер-технолог машиностр. производств (УГАТУ, 2004). Канд. техн. наук по металлосведению и термической обработке (Томск, 2009). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных методов модифицирования поверхности.

**Ишмухаметов Динар Зуфарович**, асп. той же каф. Дипл. инженер (УГАТУ, 2010). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных методов модифицирования поверхности.

**Садкова Наталья Сергеевна**, асп. той же каф. Дипл. инженер (УГАТУ, 2007). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных методов модифицирования поверхности.