

**Скиба М.Є.,
Стечишин М.С.,
Олександренко В.П.,
Курской В.С.,
Мартинюк А.В.**

Хмельницький національний університет,
м. Хмельницький, Україна
E-mail: m-mezon@ukr.net

ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСІВ БЕЗВОДНЕВОГО АЗОТУВАННЯ В ТЛІЮЧОМУ РОЗРЯДІ

УДК 621.193.16

У роботі наведена тематика науково-теоретичних і прикладних робіт, які проводяться в лабораторії Подільського наукового фізико - технологічного центру (ПНФТЦ) при Хмельницькому національному університеті. На основі проведених досліджень показана можливість значного розширення технологічних рамок безводневого азотування в тліючому розряді завдяки можливості контролю і регулюванню не лише режимними, але і енергетичними параметрами процесу насичення поверхні азотом

Ключові слова: безводневе азотування в тліючому розряді (БАТР), фізико - хімічні властивості поверхневих шарів, зносостійкість

Вступ

Більшість машин і механізмів (85 ... 90 %) виходять з ладу не через поломки, а в результаті зношування робочих поверхонь окремих деталей. При цьому витрати на ремонт і технічне обслуговування машин, як правило, перевищують їх вартість. Так, витрати коштів у машинобудуванні розвинених країн, пов'язаних із зношуванням деталей вузлів досягають 8 % національного доходу. Крім того, за даними проведених досліджень від 1/4 до 1/3 виробленої протягом року енергії витрачається на подолання сил тертя у рухомих з'єднаннях деталей машин [1]. Тому підвищення надійності та довговічності деталей вузлів тертя пов'язаний з вибором матеріалів пар тертя, термічної і хіміко-термічної обробки поверхонь тертя. Втім, в останній час перевага надається впровадженню методів керованої модифікації поверхонь металів, які базуються на дії концентрованих потоків енергії та хімічних речовин на поверхню [2]. Найширше застосування, в наш час, отримали вакуумні, лазерні та іонні технології, що дозволяють формувати задані експлуатаційними умовами фізико-хімічні характеристики поверхневих шарів металів і одночасно характеризуються найменшою енергоємністю технологічних процесів. З перелічених технологій з погляду енергоємності і універсальності застосування є, на наш погляд, безводневе азотування в тліючому розряді (БАТР). Так, БАТР є ефективним методом модифікації не лише деталей виготовлених з конструкційних сталей, але і деталей штампового, ливарного виробництва та деталей і вузлів харчових і хімічних підприємств, що зазнають інтенсивного впливу різних видів корозійно-механічного зношування.

У Подільському науковому фізико-технологічному центрі (ПНФТЦ) при Хмельницькому національному університеті на протязі багатьох років проводиться розробка і дослідження вакуумно-дифузійних газорозрядних технологій модифікації поверхонь за напрямками: «Теоретичні основи процесів карбоазотування в тліючому розряді», «Теорія та фізичні положення поверхневої модифікації поверхонь металів в тліючому розряді з автономними параметрами режиму», «Розробка вакуумно-дифузійних газорозрядних технологій дискретного зміцнення деталей триботехнічних систем» та ін. [2]. Проведені дослідження опираються на принципово нові положення теорії дифузійних газорозрядних процесів іонного азотування поверхонь металів і сплавів, які базуються на пріоритеті енергетичних підходів [3]. З таких позицій теоретичні основи БАТР не розглядалися вітчизняними і закордонними дослідниками, але саме вони дозволяють значно розширити рамки технологічних можливостей азотування для досягнення фізико-хімічних характеристик поверхневого шару деталей, які якнайкраще відповідають умовам їх експлуатації.

У даній роботі, опираючись на енергетичну теорію БАТР, на прикладі сталі 40Х, показані закономірності зміни структурного і фазового складу азотованого шару та відповідні їм зміни фізико-механічних і, зокрема, трибологічних характеристик.

Методика проведення досліджень

Безводневе азотування в тліючому розряді проводили на промисловій установці УАТР-1 Подільського наукового фізико-технологічного центру (ПНФТЦ) Хмельницького національного університету. Установка належить до моделі діодного типу на постійному струмі і була додатково укомплектована нагрівальними елементами розміщеними в газорозрядній камері, що дало можливість довільно міняти енергетичний параметр – величину напруги U , а значення густини струму I , (відношення величини стру-

му до загальної площі деталей садки і підвіски) визначалося комбінацією довільно заданої напруги і тиску газової суміші та часу азотування ($\tau = 4$ години).

Особливістю цієї установки є використання в якості насичувального середовища в процесі азотування безводневої газової суміші (суміш азоту та аргону), що виключає водневе окрихчування поверхні металу. Відсутність водню, який нейтралізує кисень, вимагає застосування особливо чистих насичувальних газів (99,99 %) і високої герметичності системи газопостачання. Невелика кількість кисню, викликає утворення оксидів на поверхні металу і різко зменшує коефіцієнт дифузії азоту в металах. Тому система газозабезпечення містить кисневий уловлювач, який нейтралізує залишки кисню в насичувальному середовищі.

Для забезпечення незалежності енергетичних характеристик режиму БАТР розроблено конструктивне рішення, що наведено на рис. 1.

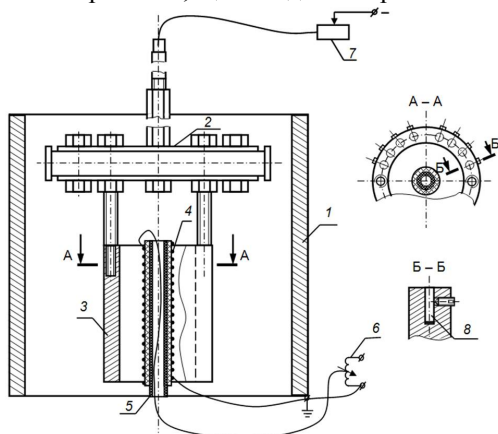


Рис. 1 – Схема пристосування для реалізації процесу азотування у тліючому розряді з автономними енергетичними параметрами:
1 – корпус камери; 2 – підвіска;
3 – стакан; 4 – нагрівач;
5 – центральна керамічна трубка;
6 – автотрансформатор;
7 – баластний реостат; 8 – зразки

Корпус камери 1 є анодом, всередині камери розміщена підвіска-катод 2 до якої під'єднано стакан 3 де встановлено зразки 8. Стакан з внутрішньої сторони нагрівається спіральним ніхромовим нагрівачем 4 навитим навколо керамічної трубки 5. Ступінь нагріву регулюється автотрансформатором 6. Баластний реостат 7 служить для зміни співвідношення між струмом і напругою.

Контроль температури деталей проводиться за допомогою пірометра АПРС-М, який таровано в умовах тліючого розряду камери.

Режими азотування

Оскільки вплив на структуру, фазовий склад, а відтак і на експлуатаційні характеристики азотованих сталей температури, складу газового середовища та часу азотування всебічно досліджено в роботах багатьох авторів, наприклад, [4, 5], а також виходячи з багаторічного досвіду проведення БАТР різноманітних матеріалів і деталей в ПНФТЦ прийнято: тривалість азотування – 4 год, склад

газової суміші – 80 % N_2 (азоту) + 20 % Ar (аргону) і температура – 833 К. Напруга та сила струму обирається дослідним шляхом, виходячи з досвіду попередньо проведених досліджень. Густина струму знаходили як відношення сили струму до площі поверхні катоду, тобто враховували суму площ поверхонь зразків і підвіски. Технологічні режими проведення БАТР наведені у табл. 1.

Таблиця 1

Параметри режимів БАТР

Значення параметру режиму	Порядковий номер експерименту								
	1*/1**	2	3	4*/4**	5	6	7*/7**	8	9
Тиск p , Па	$p_1 = 53,2$			$p_2 = 106,4$			$p_3 = 159,6$		
Напруга U , В	1100/680	820	515	840/610	515	300	700/540	515	300
Густина струму j , А/м ²	11,0/15,3	7,2	3,2	13,2/16,4	7,2	2,8	15,8/17,2	12,8	7,2
Питома потужність тліючого розряду w , кВт/м ²	12,1/10,4	5,9	1,65	11,1/10,0	3,71	0,84	11,1/9,3	6,6	2,2

*Результати експериментів без додаткового нагрівання зразків

Питома потужність тліючого розряду в газорозрядній камері визначалася за формулою:

$$w = UI / S = Uj,$$

де S – площа поверхні катоду.

Для перевірки положення роботи [6] про те, що «кожній потужності і розряду відповідає певний тиск газового середовища» була проведена друга серія експериментів при тих самих режимних параметрах, що і досліди 1*, 4*, 7* першої серії, але із застосуванням підвіски інших розмірів (площі поверхні катоду), що привело до зміни значень напруги та густини струму (режими 1**, 4**, 7**; див. табл. 1).

Матеріали для проведення досліджень

Для дослідження була вибрана конструкційна сталь марки 40Х яка найбільш часто використовується для проведення БАТР. Дослідження елементного складу сталей виконані на енергодисперсійному рентгенофлуоресцентному спектрометрі “Спрут” виробництва “Укррентген” з SDD детектором X-123 (Amptek, США). Ідентифікація марки сталі здійснювалася шляхом визначення восьми хімічних елементів (С, Al, Si, P, S, Ti, Cr, Mn). Вхідний контроль хімічного складу показав, що дослідженню були піддані зразки, що повністю відповідають стандарту на відповідну сталь: ГОСТ 4543–71 (для сталі 40Х).

Зразки були досліджені на здатність поглинання аргону у процесі азотування в розрідженій активованій газовій суміші. Присутності аргону у поверхневих шарах сталей виявлено не було. Розчинність аргону у досліджуваних сталях відсутня, імплантації іонізованого аргону при використаних енергетичних параметрах не спостерігалось, тому усі отримані результати пов’язані виключно з взаємодією на межі розділення активованого азоту газової суміші з поверхнею сталі.

Металографічні дослідження

Циліндричні зразки після БАТР розрізалися по діаметральній площині (отримували два напівциліндра). Отримані площини шліфували і полірували при промиванні дистильованою водою та піддавали травленню в 3 %-му спиртовому розчині азотної кислоти (HNO_3).

Вимірювання товщини нітридної зони проводили на мікроскопі МИМ-10, що дозволяє проводити кількісний аналіз фазового та структурного складу азотованих поверхонь.

Мікротвердість визначали на мікротвердомірі ПМТ-3 при навантаженні 0,98 Н з фіксацією значень мікротвердості як на поверхні, так і на відстані від неї 0; 25; 50; 100; 200; 300; 500 мкм.

Рентгенофазовий аналіз проводили на дифрактометрі ДРОН-3 у фільтрованому випромінюванні залізного анода в діапазоні кутів θ від 20° до 100° з кроком сканування $0,1^\circ$ і часом експозиції 10 с. Рентгенозйомка проводилася від поверхні в глибину азотованого шару.

Трибологічні дослідження

Експериментальні дослідження зразків на зносостійкість проводились на універсальній машині для випробування матеріалів на тертя моделі 2168УМТ.

Для закріплення зразків на супорті машини були виготовлені спеціальні державки з метою забезпечення контакту по всій поверхні торця взірця. Їх конструкція, загальний вид супорта машини тертя, взаємне розміщення зразка і контртіла при їх контактуванні більш детально описані в роботі [7].

Обрана методика дослідження повинна надати якісну картину зміни інтенсивності зношування сталей по глибині азотованого шару та її залежності від режимів азотування, а також забезпечити можливість формування аналітичних підходів до відтворення цієї картини при зміні вихідних факторів впливу. У цьому плані чи не найбільш суттєвою методичною проблемою при проведенні випробувань на зносостійкість є неможливість врахування усіх факторів, що здійснюють вплив на пару тертя в умовах експлуатації, і як наслідок, неможливість адекватного відтворення умов перебігу процесів, що при цьому відбуваються. Це пояснюється не лише багатоманітністю та складністю цих процесів, але й відсутністю серед науковців єдиних поглядів на механізм зношування та критерії зносостійкості матеріалів.

Таким чином, хоча вибір визначальних факторів дослідження сталей на тертя та зношування і відіграє вирішальну роль у формуванні методики експерименту, у ньому неминуче присутній суб’єктивний чинник, що насамперед виявляється у наданні переваги одному або кільком з великого числа існуючих варіантів.

Аналіз літературних джерел [1, 8] дозволяє визначити у якості факторів, що мають найбільш суттєвий вплив на перебіг випробувань та їх результат, наступні характеристики: схема тертя – “диск - палець”; тертя без мастильного матеріалу; матеріал контртіла – сталь ШХ15 із твердістю основи HRC61; тиск у зоні контакту $p = 16$ МПа; контрольований параметр – лінійний знос h , що визначався як зміна у результаті проходження ділянки довжиною l лінійного розміру зразка, виміряного по нормалі до поверхні тертя.

У міру проходження шляху тертя крок фіксації результатів випробувань змінювався (табл. 2).

Таблиця 2

Періодичність вимірювання результатів випробування

Ділянка шляху тертя L , м	0 - 50	50 - 200	200 - 400	400 - 1000	більше 1000
Крок вимірювання l , м	5	10	25	50	100

Випробування припинялися при настанні катастрофічного зношування.

Результати досліджень та їх обговорення

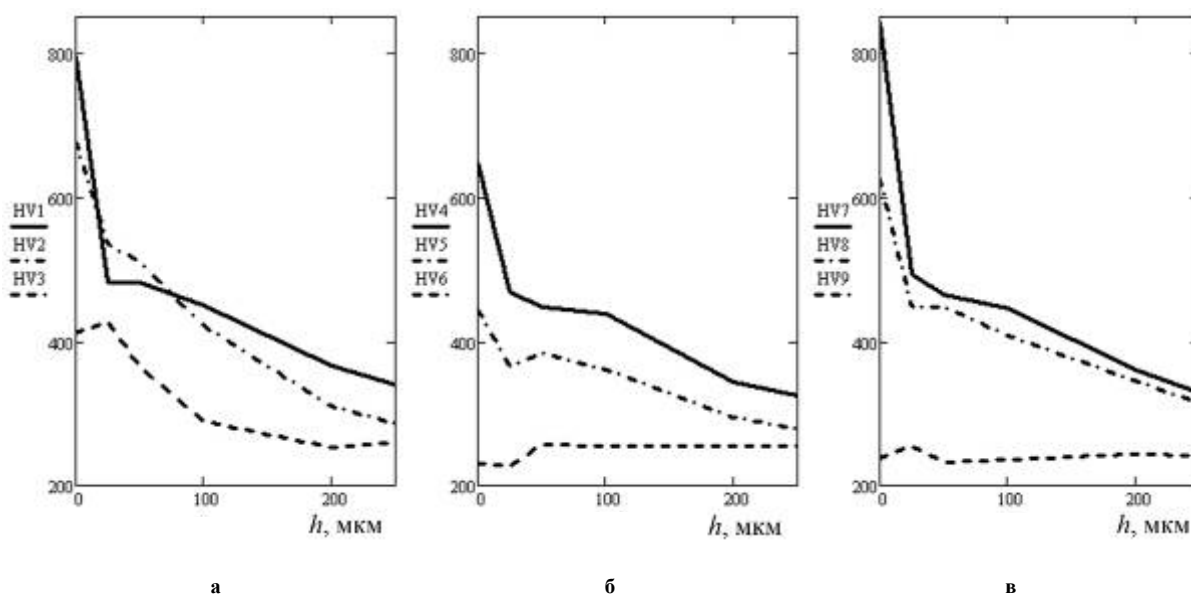
Мікротвердість азотованих шарів сталі 40X. У таблиці 3 наведені результати досліджень мікротвердості сталі 40X, азотованої в тліючому розряді.

Таблиця 3

Мікротвердість поверхні азотованої в тліючому розряді (за режимами наведеними в табл. 1) сталі 40X та її розподіл по глибині модифікованого шару

Номер режиму	Відстань від поверхні, мкм							
	0	25	50	100	200	300	500	1000
1	796	533	481	450	366	313	273	274
2	676	524	480	421	310	263	251	252
3	412	427	365	289	253	266	256	257
4	647	469	448	439	344	306	269	258
5	444	367	383	360	295	264	255	250
6	230	227	257	254	255	256	253	250
7	842	492	464	446	360	296	249	243
8	625	447	447	407	345	284	249	254
9	238	255	233	236	243	239	240	240

Аналіз експериментальних даних свідчить, що зменшення значень напруги і густини струму приводить до зниження поверхневої мікротвердості сталей. Що ж стосується розподілу мікротвердості по глибині модифікованого шару, то при незначних відмінностях у градієнті її зміни абсолютні значення мікротвердості зразків, азотованих при вищих енергетичних показниках є вищими по всій глибині шару (рис. 2 і табл. 3).



**Рис. 2 – Розподіл мікротвердості по глибині азотованого шару сталі 40X (HV – Мікротвердість, індекси 1-9 – номери режимів в табл. 1)
а – 53,2 Па; б – 106,4 Па; в – 159,6 Па**

Збільшення вмісту легуючих елементів (у тому числі азотактивних – насамперед, хрому) призводить до того, що характер вказаної залежності стає більш яскраво вираженим, що можна пояснити зростанням продуктивності процесу утворення нітридів, які, як відомо, здійснюють гальмівний вплив на дифузію азоту вглиб матеріалу і тим самим перешкоджають утворенню азотованих шарів.

Оцінка фазових складових азотованого шару

Прийнявши твердість у якості базового параметра з метою оцінки товщини азотованого шару (ГОСТ 20495–75), можна зробити висновок, що для неї зберігається та сама тенденція – зі зниженням енергетичних параметрів процесу БАТР товщина азотованого шару зменшується. Ця закономірність ха-

рактерна і для товщини нітридної зони (табл. 4). Для полегшення аналізу отриманих результатів досліджень вони згруповані в табл. 4 разом з характеристиками усіх режимів проведених досліджень.

Таблиця 4

Характеристики модифікованого шару сталі 40X азотованої в тліючому розряді (БАТР)

Режими	Порядковий номер експерименту								
	1*/1**	2	3	4*/4**	5	6	7*/7**	8	9
Тиск p , Па	$p_1 = 53,2$			$p_2 = 106,4$			$p_3 = 159,6$		
Напруга U , В	1100/680	820	515	840/610	515	300	700/540	515	300
Густина струму j , А/м ²	11,0/15,3	7,2	3,2	13,2/16,4	7,2	2,8	15,8/17,2	12,8	7,2
Питома потужність тліючого розряду w , кВт/м ²	12,1/10,4	5,9	1,65	11,1/10,0	3,71	0,84	11,1/9,3	6,6	2,2
Товщина дифузійного шару h , мм	0,40/0,40	0,30	0,075	0,30/0,35	0,20	0	0,30/0,40	0,25	0
Товщина нітридної зони h_N , мкм	5,88/1,80	2,42	0	3,64/5,65	3,20	0	8,76/9,25	6,60	0
Мікротвердість поверхні, HV_{01}	796/916	6,76	412	647/886	444	230	842/918	625	238

Рентгеноструктурний аналіз

Дані рентгеноструктурного аналізу свідчать про те, що структура та фазовий склад азотованих сталей також залежать від енергетичних параметрів розряду.

Відомо, що при АТР одночасно відбуваються основні конкуруючі, взаємодоповнюючі і взаємозаперечуючі субпроцеси [3]: утворення нітридів, дифузійне насичення поверхневого шару азотом і розпорощення поверхні. Енергетичні умови перебігу головних субпроцесів суттєво відрізняються. Так, утворення нітридів відбувається при низьких енергіях, натомість процес розпорощення поверхні активізується при високих значеннях напруги. Співвідношенням інтенсивностей перебігу основних субпроцесів визначаються структура та фазовий склад модифікованих шарів. Залежно від поточної комбінації параметрів режиму формування модифікованого шару може відбуватися за різними напрямками, причому в кожній конкретній ситуації інтенсивність перебігу вказаних субпроцесів, а отже й інтенсивність утворення тієї чи іншої фази, може бути різною не лише за величиною, але й за знаком, оскільки попередньо створена фаза може знаходитись під впливом деструктивних явищ.

Наприклад, при підвищенні енергії падаючого потоку попередньо утворений прошарок нітридів розпорощується, а це у свою чергу стимулює процес дифузії азоту вглиб поверхні. Якщо ж енергія потоку часток виявляється недостатньою для розпорощення утворюваного нітридного шару, останній виступає у ролі своєрідного бар'єру, що унеможливує процес дифузії. Останній факт пояснює неприйнятно низькі показники модифікованих поверхонь, отриманих при проведенні експериментів за режимами 3, 6, 9.

Згідно з результатами рентгеноструктурного аналізу при максимальних значеннях енергетичних параметрів формується азотований шар, що містить ϵ -, γ' - і α -фази. Зниження напруги і густини розрядного струму призводить до збільшення частки γ' -фази (Fe_4N) у нітридній зоні модифікованого шару і відповідно – до зменшення частки ϵ -фази (Fe_2N). При мінімальних значеннях енергетичних параметрів утворення нітридів на поверхні не спостерігалось, азотований шар містив тільки α -фазу (рис. 3 - 5).

Відомо, що товщина і фазовий склад нітридної зони визначають її властивості, а отже, в кінцевому підсумку, і властивості азотованої сталі. Так, 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 [8].

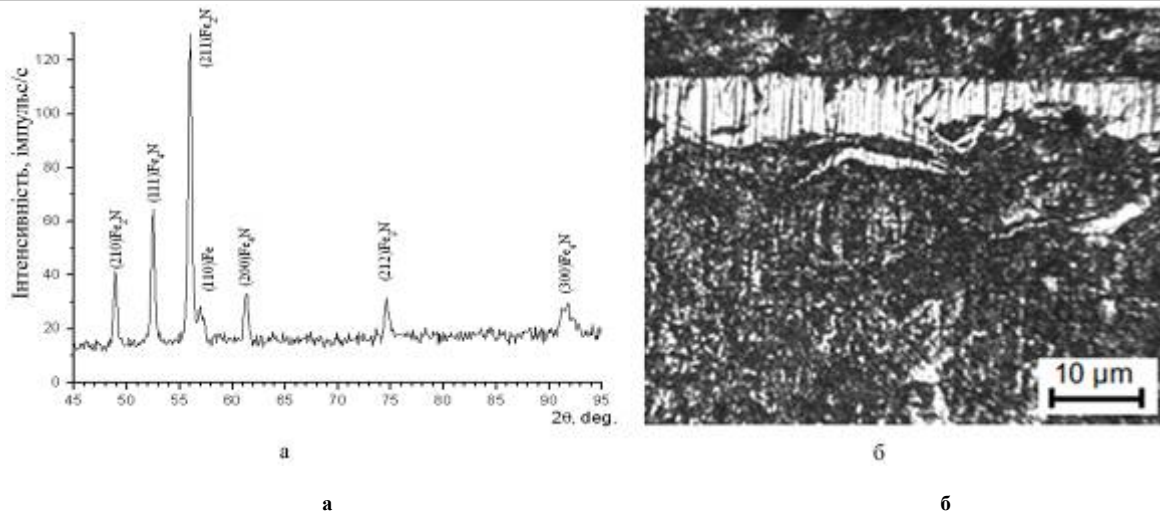


Рис. 3 – Ділянка дифрактограми (а) і нітридна зона зразка сталі 40Х (режим 7)

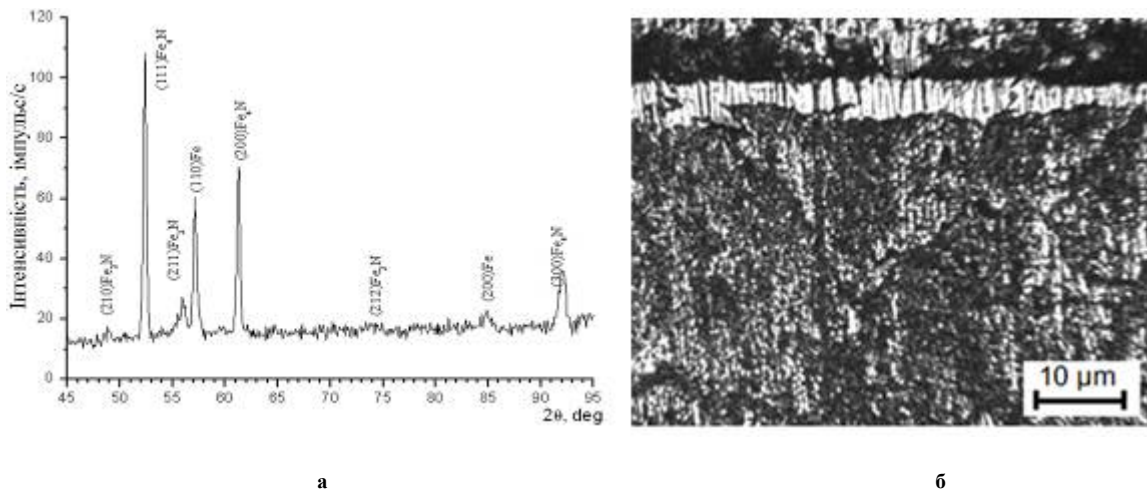


Рис. 4 – Ділянка дифрактограми (а) і нітридна зона зразка сталі 40Х (режим 8)

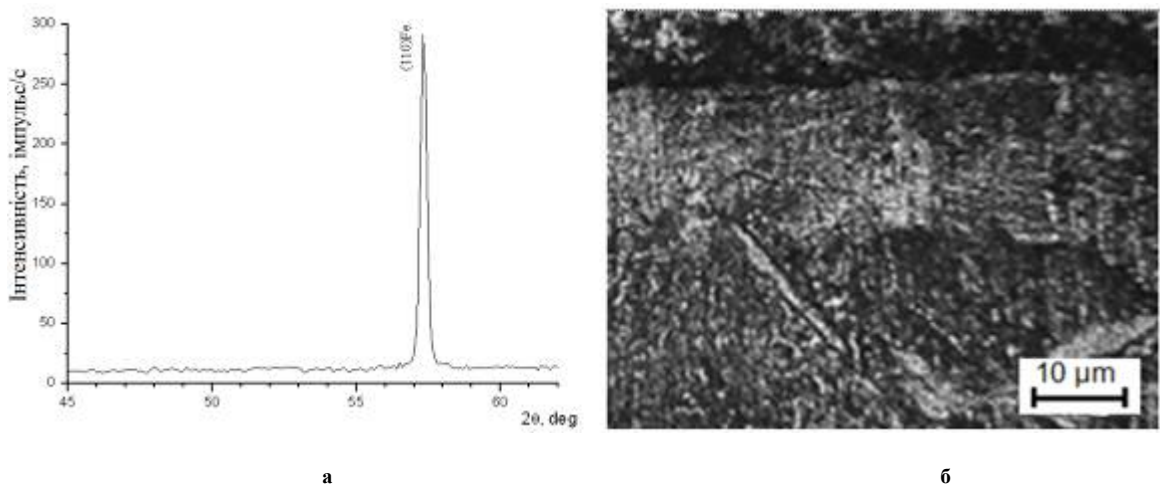


Рис. 5 – Ділянка дифрактограми (а) і зона внутрішнього азотування зразка сталі (режим 9)

Таким чином, для деталей, що працюють у корозійному середовищі та на зношування при малих контактних навантаженнях процес АТР повинен проводитись при максимально можливих значеннях напруги та густини струму, що забезпечить утворення ϵ - фази і, відповідно, високий опір корозії та прип-

рацювання поверхонь тертя. Зниження значень енергетичних параметрів при проведенні АТР призведе до збільшення частки γ' - фази, а отже, може бути рекомендоване для деталей, що працюють при високих динамічних навантаженнях в умовах зношування при високому тиску; корозійна стійкість при цьому буде знижена.

Трибологічні дослідження

Залежність зносостійкості модифікованих поверхонь від енергетичних параметрів розряду було підтверджено при проведенні трибологічних досліджень. У результаті експериментів було виявлено, що в умовах сухого тертя для поверхонь, модифікованих при вищих енергетичних показниках, інтенсивність зношування (рис. 6) і період припрацювання (рис. 7) зменшуються, а період сталого зношування збільшується, причому, зі збільшенням вмісту легованих елементів у сталі ця закономірність стає більш яскраво вираженою. Зрозуміло, за інших умов проведення експериментів (наприклад, при дослідженні отриманих зразків на корозійну стійкість) залежність трибологічних властивостей азотованих поверхонь від густини струму та напруги на електродах камери може набувати іншого характеру, але сам по собі факт існування такої залежності сумнівів не викликає, що спростовує наведені у роботі [9] положення, згідно з якими енергетичні характеристики розряду не здійснюють суттєвого впливу на результати БАТР.

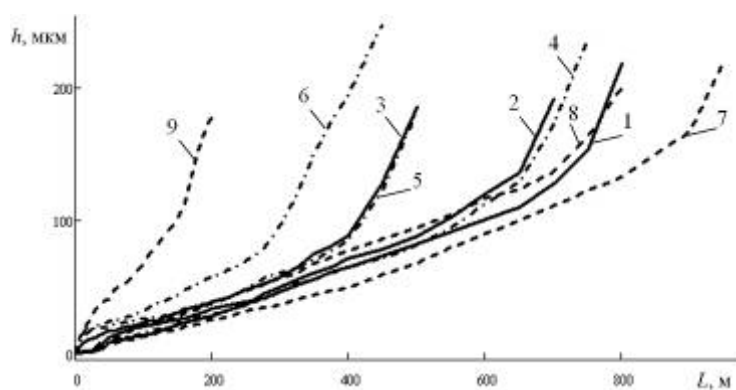


Рис. 6 – Криві зношування сталі 40X, азотованої в тліючому розряді (цифри на кривих відповідають номерам режимів в табл. 1)

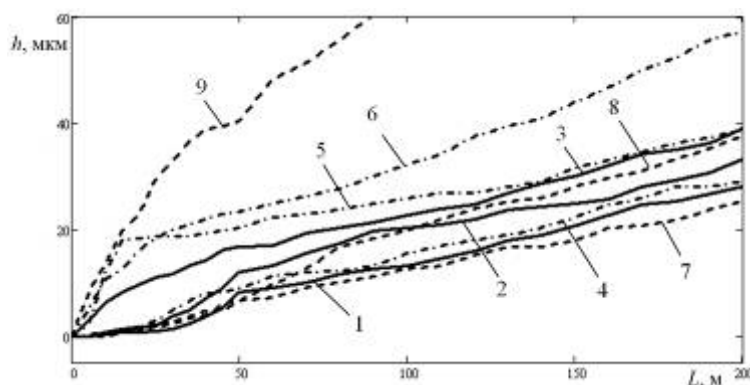


Рис. 7 – Зона припрацювання кривих зношування сталі 40X, азотованої в тліючому розряді (цифри на кривих відповідають номерам режимів в табл.1)

Наведені дані дозволяють зробити цілком очевидний висновок щодо впливу напруги та густини струму на характеристики модифікованого шару, що визначають собою зносостійкість азотованих у тліючому розряді сталей – він є не просто суттєвим, а вирішальним. Більше того, в області енергетичних параметрів режиму існує деяка межа, нижче якої проведення процесу АТР взагалі втрачає сенс, оскільки призводить до отримання неприйнятних результатів, і це попри те, що значення режимних характеристик залишаються постійними.

Це зокрема означає, що комплекс традиційно фіксованих режимних параметрів (температура, тиск, склад газової суміші та тривалість процесу) не дає однозначного уявлення про умови проведення процесу БАТР, а отже не може слугувати основою для прогнозування його результатів.

Цей факт знаходив своє неодноразове підтвердження, коли технологічні процеси, проведені за аналогічних значень режимних параметрів, але в різних установках (або навіть в одній установці, але з використанням іншої підвіски), призводили до абсолютно різних результатів.

Це пояснюється тим, що факторами, які визначають результативність процесу азотування у тліючому розряді, виступають не лише параметри режиму, але й такі показники, як міжкатодна відстань, форма та розміри підвіски і досліджуваного зразка (або деталі), наявність локальних виключень на його поверхні і багато інших.

Перелік факторів, які є визначальними при АТР, наведений американським дослідником Девідом Пайєм (David Pye) у роботі [10], включає тринадцять найменувань.

Зрозуміло, безпосереднє врахування усіх цих показників призвело б до неймовірного ускладнення керування процесом АТР. Проте, їх можна враховувати опосередковано, оскільки вплив усіх перерахованих факторів відображають енергетичні параметри процесу.

На підтвердження цієї тези була проведена додаткова серія експериментів. Як уже зазначалося, зразки азотувалися у тій самій установці і при тих самих режимних параметрах, що й у дослідях 1, 4, 7 основної серії, але при цьому була використана підвіска іншої форми та розмірів, що спричинило зміну значень напруги та густини струму і питомої потужності розряду в відповідно (див. табл. 1).

Суттєва відмінність між характеристиками відповідних азотованих шарів, отриманих у результаті проведення двох серій експериментів, ще раз підтверджує той факт, що результативність процесу АТР значною мірою визначається енергетичними характеристиками розряду (див. табл. 4).

Пріоритетність формування тієї чи іншої фазової структури, а відтак і властивостей азотованої поверхні, може бути забезпечена шляхом стимулювання необхідних субпроцесів (утворення нітридів, дифузії чи розпорошення поверхні) за рахунок довольного комбінування параметрів режиму. У цьому контексті особливого значення набуває пошук нових методів прогнозування кількісних характеристик (мікротвердості, товщини дифузійного шару та нітридної зони тощо) азотованих в тліючому розряді поверхонь, що дозволяли б враховувати специфіку впливу напруги на електродах камери та густини струму на результати процесу БАТР.

Вплив енергетичних параметрів БАТР

Для більшої наочності комплекс проведених технологічних процесів представлений схемою (рис. 8), де цифри біля точок відповідають номеру відповідного режиму, а лінії, що їх з'єднують відповідають однаковим тискам газової суміші: $p_1 = 53,2$ Па, $p_2 = 106,4$ Па і $p_3 = 159,6$ Па. Точки 1, 4, 7 відповідають режимам, проведеним без додаткового джерела підігріву, тобто з взаємозалежними параметрами АТР (кожному тиску газової суміші відповідає певна комбінація напруги і струму на електродах газорозрядної камери).

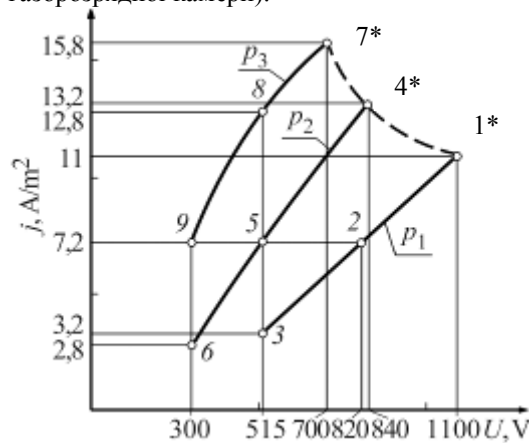


Рис. 8 – Характер зміни енергетичних параметрів U та j

збільшення j , а при $j = \text{const}$ (режими 2, 5, 9), навпаки, зменшується U при збільшенні тиску газової суміші. Звідси випливає, що енергетичні параметри тісно пов'язані з тиском газової суміші. Тому на рис. 9 представлені залежності зміни питомої потужності тліючого розряду w від тиску газової суміші p . Криві I, II на рис. 9 відносяться до БАТР без підігріву зразків, але з двома різними підвісками, що вказує на важливість оптимізації конструкції підвіски (у варіанті II – додаткова серія дослідів, енергетичні втрати менші). Зовсім інші залежності маємо при БАТР з автономними енергетичними параметрами (рис. 9,

Аналіз отриманої залежності показує (рис.8), що із зростанням тиску газової суміші $p_3 > p_2 > p_1$ для БАТР без додаткового нагріву збільшується струм при зменшенні напруги в газорозрядній камері, а питома потужність w приблизно однакова 11,1 ... 12,1 кВт/м² (режими 1*, 4*, 7*) і 9,3 ... 10,4 кВт/м² (режими 1**, 4**, 7**) при зміні форми підвіски (площі поверхні катоду). Останнє досягається як автоматичною зміною густини струму j , так і напруги U відповідно до зміни тиску газового середовища.

При БАТР з незалежними енергетичними режимами для підтримки тліючого розряду в камері потрібні значно менші значення j та U , наприклад, режими 9 і 7 при тиску p_3 та режими 6 і 4 та 3 і 1 при тисках

p_2 і p_3 відповідно. При цьому при $U = \text{const}$ (режими 3, 5, 8) для підтримки тліючого розряду необхідне

криві III, IV). При цьому, при $U = \text{const}$ із збільшенням тиску (режими 3, 5, 8 на рис. 8 і 9) w збільшується, а при $j = \text{const}$ (режими 2, 5 і 9 на рис. 9), навпаки, зменшується. З рис. 9 також видно, що застосування енергетичних параметрів БАТР дозволяє суттєво зменшити енергоємність процесу азотування.

Наведені у роботі [4] результати досліджень свідчать про існування екстремальної залежності між питомою потужністю розряду та тиском газової суміші. Автори роботи зазначають, що тиск газового середо-вища, який відповідає максимальній питомій потужності розряду, забезпечує отримання азотованого шару найбільшої товщини. Втім, слід зауважити, що такі висновки базуються на результатах азотування мідних трубок довжиною 30 мм з внутрішнім діаметром 1,6; 3,6; і 5,7 мм, але особливості азотування отворів малого діаметра, пов'язані з ефектом порожнистого катоду [6] і навряд чи це дозволяє поширювати отримані результати на деталі або зразки іншої конфігурації. Тим більше, що екстремальний характер залежності $w = f(p)$ зменшується із збільшенням внутрішнього діаметра трубок [4].

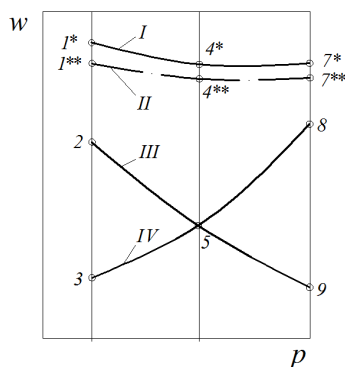


Рис. 9 – Залежність питомої потужності розряду w від тиску газової суміші:
I, II – без додаткового нагріву;
III, IV – з автономними режимами
(з додатковим нагрівом зразків)

У наших дослідях, проведених на зразках циліндричної форми, отримані зовсім інші результати (рис. 9, криві I і II). До речі, аналогічні результати отримані і в роботі [6] на зразках еліпсоїдної форми, що забезпечувало відсутність концентраторів поля. У будь-якому разі, питання впливу енергетичних характеристик тліючого розряду на фізико-хімічні характеристики азотованого шару залишаються не з'ясованими і потребують подальших досліджень. Тому для азотованих за наведеними режимами зразках знаходили товщини дифузійної зони h , нітридної зони h_N . Результати проведених вимірювань наведені в табл. 4.

Аналіз результатів (табл. 4) показує, що із зниженням питомої потужності електричного розряду в газорозрядній камері, товщини шарів h і h_N також зменшується і при $w = 0,84$ і $1,65$ кВт/м² нітридна зона на досліджених сталях відсутня, а є лише дифузійна зона, яка відсутня лише на сталі 40X, що пояснюється відчутно більшими енергетичними витратами для утворення нітридів хрому. У той же час при $w = 2,2$ кВт/м² (режим 9 на рис. 1) відсутні як нітридна, так і дифузійна зони (табл. 4), що вказує на важливість співставлення теоретичних моделей формування падаючого потоку частинок з реальними характеристиками електричного розряду в газах у яких повинні входити напруження поля в області катодного падіння напруження, густина струму, температура катоду, тиск і склад газового середовища. Останнє визначає потенціал переходу темного розряду в нормальний тліючий. Потенціал переходу розряду для азото - аргонних сумішей (20 % N + 80 % Ar) знаходяться за формулою [6]:

$$U_{ПТР} = (267,525 + 362,499 p) + (24,3 + 433,2 p) K_{PN},$$

де p – тиск газової суміші;

$K_{PN} = 0,25$ – коефіцієнт об'ємної частки азоту.

Для режимів 3, 6 і 9 $U_{ПТР}$, розрахований за цією формулою становить 462 В, 650 В і 838 В, а в дійсності він становив 515 В, 300 В, і 300 В відповідно. Саме тому в режимі 9 внаслідок відсутності тліючого розряду процес азотування також відсутній і $h = h_N = 0$, а для режимів 3 і 6 внаслідок недостатніх значень густини струму і, відповідно, недостатнього значення питомої потужності електричного розряду w не утворюється нітридний шар.

Відомо [6], що при АТР відбувається такі основні процеси: утворення нітридів, дифузійне насичення поверхневого шару азотом і розпорошення поверхні. Енергетичні рівні перебігу головних субпроцесів суттєво відрізняються. Так, утворення нітридів відбувається при низьких енергіях (режими 3, 6 і 9), а процес розпорошення поверхні активізується при високих значеннях напруги. Таким чином, структура та фазовий склад азотованих шарів визначається комбінацією технологічних і енергетичних процесів формування азотованого шару. Наприклад, при підвищенні потужності енергетичного потоку попередньо утворений прошарок нітридів розпорошується і стимулюється процес дифузії азоту в глибину поверхні. У випадку, коли енергія потоку недостатня для розпорошення утвореного нітридного шару h_N , він виступає у ролі бар'єру, який унеможливорює процес дифузії у внутрішні шари металу (режим 9) або дає низькі показники азотованих шарів (режим 3 і 6).

Висновки

1. Для проведення процесів БАТР з незалежними енергетичними параметрами проведена модернізація установки для азотування, яка полягала в додатковій її комплектації нагрівальними елементами, розміщеними в газорозрядній камері.

2. На основі металографічних досліджень, рентгенофазового аналізу та трибологічних випробувань досліджено ефективність регулювання і контролю енергетичних і режимних параметрів азотування, що дозволяє значно розширити рамки застосування БАТР для досягнення необхідних експлуатаційних характеристик поверхневих шарів металів з одночасною можливістю зниження енерговитрат на азотування.

3. Подальше дослідження повинні бути направлені на виявлення зв'язків вольт-амперних характеристик газорозрядних процесів у залежності від тиску та складу газової суміші, оскільки питома потужність енергетичного потоку не може служити єдиною і однозначною характеристикою процесів БАТР.

Література

1. Современная трибология: итоги и перспективы / отв. ред. К. В. Фролов. – М. : изд-во ЛКИ, 2008. – 480 с.
2. Stechyshyn M. Development and research of vacuum-diffusion gasradiological technologies in khmelnytskui national university / M. Stechyshyn, V. Oleksandrenko, G. Sokolova, Yu. Bilyk, // Actual problems of modern science. Monograf. – 2017. – P.349-356.
3. Пастух И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. - Харьков, ННЦ ХФТИ, 2006. – 364 с
4. Каплун В. Г. Ионное азотирование в безводородных средах : монография / В. Г. Каплун, П. В. Каплун. – Хмельницький : ХНУ, 2015. – 315 с.
5. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г. И. Шпис, З. Бёмер. – М. : Металлургия, 1991. – 320 с.
6. Арзамасов Б. Н. Роль удельной мощности разряда при ионной химико-термической обработке сплавов / Б. Н. Арзамасов, Т. А. Панайоти // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2000. – №6. – С. 31-3
7. Стечишин М. С. Технологія азотування в тліючому розряді сталей різального комплексу м'ясопобірювальних машин / М. С. Стечишин, В. П. Олександренко, М. В. Лук'янюк, В. В. Люховець, М. М. Лук'янюк // Проблеми трибології. – Хмельницький. – 2017. – №2. – С. 50-55.
8. Костецкий Б. И. Трение, смазка и износ в машинах / Б. И. Костецкий. – Киев : Техника, 1970. – 396 с.
9. Keller K. Schichtaufbau glimmitrierten Eisen Werkstoffe / K. Keller // Harterei-Technische Mitteilung. – 1971. – Bd. 26, № 2. – S. 120–128.
10. Pye D. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing / D. Pye. – Ohio – ASM International, 2003. – 260 p.

Надійшла в редакцію 02.06.2018

Skyba M.Ye., Stechyshyn M.S., Oleksandrenko V.P., Kurskoy V.S., Martynyuk A.V. **Investigation of processes of behavior nitrogen in false dispersion.**

The paper presents the topics of scientific and applied researches conducted in the laboratory of the Podilskyi scientific physical-technological centre (PSPTC) at Khmelnytskyi National University. A specific feature of these investigations is that they are based on the energy theory of non-hydrogen nitriding in glow discharge (NNGD) developed in the laboratory. The latter makes it possible to control and regulate not only the regime but also the energy parameters of NNGD which greatly expands the possibilities of the influence of the existing nitriding technologies on the physical - chemical characteristics of the surface layers of metals in order to achieve the necessary performance characteristics of the hardened surfaces of machine parts.

The effect of NNGD with autonomous energy nitriding regimes (current density, voltage, discharge watt-hour rating) on the surface microhardness and its distribution over the depth of the nitrided layer, the phase composition, the thickness of the nitride zone and the diffusion layer, as well as the tribological characteristics of nitrided surfaces under friction without lubrication (dry friction) are investigated on steel 40X

As a result of the studies, it was determined:

1. NNGD with autonomous saturation regimes allows to significantly reduce the energy consumption for nitriding;
2. The unification of independent and controlled energy and regime parameters of NNGD allows to significantly expand the technological capabilities of the nitriding process in order to achieve the physical-chemical characteristics of surfaces of machine parts and equipment specified by the operating conditions;
3. Further research, according to the authors, should be aimed at establishing relationships between volt-ampere characteristics, composition of the gas mixture and its pressure in the gas-discharge chamber.

Key words: non-hydrogen nitriding in glow discharge (NNGD), physical and chemical properties of surface layers, wear resistance.

References

1. Sovremennaya tribologiya: itogi i perspektivy ... otv. red. K. V. Frolov. ... M. : izd-vo LKI, 2008. ... 480 s.
2. Stechyshyn M. Development and research of vacuum-diffusion gasradiological technologies in khmelnytskui national university ... M. Stechyshyn, V. Oleksandrenko, G. Sokolova, Yu. Bilyk, ... Actual problems of modern science. Monograf: ... 2017. ... R.349-356.
3. Pastuh I. M. Teoriya i praktika bezvodnorodnogo azotirovaniya v tleyuschem razryade. ... Harkov, NNTs HFTI, 2006. ... 364 s
4. Kaplun V. G. Ionnoe azotirovanie v bezvodnorodnyih sredah : monografiya ... V. G. Kaplun, P. V. Kaplun. ... Hmelnitskiy : HNU, 2015. ... 315 s.
5. Teoriya i tehnologiya azotirovaniya ... Yu. M. Lahtin, Ya. D. Kogan, G. I. Shpis, Z. BYomer. ... M. : Metallurgiya, 1991. ... 320 s.
6. Arzamasov B. N. Rol udelnoy moschnosti razryada pri ionnoy himiko-termicheskoy obrabotke splavov ... B. N. Arzamasov, T. A. Panayoti ... Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallav. ... 2000. ... №6. ... S. 31-33.
7. Stechishin M. S. TehnologIya azotuvannya v tIlyuchomu rozryadI staley rIzalnogo komplektu m'yaso podrIbnyuvalnih mashin ... M. S. Stechishin, V. P. Oleksandrenko, M. V. Luk'yanyuk, V. V. Lyuhovets, M. M. Luk'yanyuk ... Problemi tribologIyi. ... Hmelnitskiy. ... 2017. ... №2. ... S.50-55.
8. Kostetskiy B. I. Trenie, smazka i iznos v mashinah ... B. I. Kostetskiy. ... Kiev : Tehnika, 1970. ... 396 s.
9. Keller K. Schichtaufbau glimmitrierten Eisen Werkstoffe ... K. Keller ... Harterei-Technische Mitteilung. ... 1971. ... Bd. 26, № 2. ... S. 120-128.
10. Pye D. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing ... D. Pye. – Ohio ... ASM International, 2003. ... 260 p.