

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПЛЁНКИ

PACS numbers: 51.50.+v, 52.80.-s, 62.20.Qp, 81.05.Bx, 81.15.Ni, 81.65.Lp, 81.70.Bt

Зміцнення поверхні сталі 45 йонним азотуванням у геліконному розряді

Е. М. Руденко, В. Є. Панарін, П. О. Киричок*, М. Є. Свавільний,
І. В. Короташ, Д. Ю. Полоцький, Р. Л. Тріщук*

*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»,
Видавничо-поліграфічний інститут,
просп. Перемоги, 37,
03056 Київ, Україна*

Проведено аналізу досліджень зі зміцнення металевих поверхонь шляхом формування дифузійних покриттів, виділено найбільш перспективні технології для підвищення зносостійкості деталей тертя. Наведено загальний вигляд установки для йонного азотування у геліконному розряді та принципові схеми основних її вузлів, описано принципи їх роботи. Експериментально досліджено зміцнення сталевих зразків методом йонного азотування у геліконному розряді. Доведено перспективність впровадження цієї методи зміцнення шляхом порівняння одержаних результатів із результатами сучасних традиційних метод азотування.

Ключові слова: азотування, зміцнення, йонне азотування, геліконний розряд, дифузійні покриття, підвищення зносостійкості.

Corresponding author: Eduard Mykhaylovych Rudenko
E-mail: rudenko@imp.kiev.ua

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine
*National Technical University of Ukraine, 'Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute',
Publishing and Printing Institute, 37 Peremohy Ave., UA-03056 Kyiv, Ukraine*

Citation: E. M. Rudenko, V. Ye. Panarin, P. O. Kyrychok, M. Ye. Svavilnyi, I. V. Korotash, D. Yu. Polotskyi, and R. L. Trishchuk, Hardening of a Surface of Steel 45 by the Ion Nitridation in a Helicon Discharge, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 8: 993–1004 (2018) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.40.08.0993.

The analysis of research of the metal surface hardening by means of the forming of diffusion coatings is made. The most promising technologies for the increase of wear resistance of friction parts are highlighted. The general view of the device for ion nitridation in a helicon discharge, the principal scheme of its main nodes, and the principles of their operation are described. Hardening of the steel samples by the method of ion nitridation in a helicon discharge is experimentally investigated. The prospect of introducing this method of hardening is proved by the comparison of the obtained results with the results of state-of-the-art traditional methods of nitridation.

Key words: nitridation, hardening, ion nitridation, helicon discharge, diffusion coatings, increase of wear resistance.

Проведён анализ исследований по упрочнению металлических поверхностей путём формирования диффузионных покрытий, выделены наиболее перспективные технологии для повышения износостойкости деталей трения. Приведены общий вид установки для ионного азотирования в геликонном разряде и принципиальные схемы основных её узлов, описаны принципы их работы. Экспериментально исследовано упрочнение стальных образцов методом ионного азотирования в геликонном разряде. Доказана перспективность внедрения этого метода упрочнения путём сравнения полученных результатов с результатами современных традиционных методов азотирования.

Ключевые слова: азотирование, упрочнение, ионное азотирование, геликонный разряд, диффузионные покрытия, повышение износостойкости.

(Отримано 17 травня 2018 р.)

1. ВСТУП

Найбільше навантаження в конструкціях вузлів тертя, виготовлених з конструкційних сталей, наприклад, для поліграфічних машин, припадає на поверхневі шари. Роль поверхневих шарів навантажених деталей особливо зростає нині з ускладненням умов їх експлуатації, що характеризуються збільшенням температур, появою абразиву, агресивністю середовищ та ін. При цьому розробка і виготовлення з нових матеріалів деталей з полішеними властивостями є доволі коштовним і тривалим процесом. Тому на сьогодні дуже поширеною є зміна властивостей поверхні деталей у бажаному напрямі шляхом оброблення її двома основними способами: по-перше, нанесенням шарів іншого матеріалу з необхідними властивостями у вигляді покриття на формоутворювальну поверхню, по-друге, зміною складу поверхневої зони металу в результаті дифузійних процесів, що спричиняють утворення нового структурно-фазового стану, відмінного від стану серцевини. Однією з найефективніших методів зміни властивостей поверхні є азотування, у результаті якого підвищуються її твер-

дість і зносостійкість, опір втомі, корозійна стійкість і теплостійкість [1, 2].

2. АНАЛІЗ ПОПЕРЕДНІХ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА МЕТА ДАНОГО

Серед великої кількості типів зміцнювальних захисних покриттів істотного поширення в техніці набули дифузійні покриття, які одержують методом хеміко-термічного оброблення (ХТО). Практично при ХТО можна формувати покриття різного складу з широким спектром властивостей. Міцність і довговічність матеріалів з покриттям багато в чому залежать від методи нанесення та ступеня керованості відповідними технологічними процесами. Однак більшість процесів ХТО в традиційному виконанні має велику тривалість, потребує значних витрат енергії, що викликає перегрів і деградацію первинної структури та властивостей металу, спричиняє істотне викривлення виробів унаслідок релаксації напружень. Застосування водневмісного середовища (часто в суміші з аміаком) іноді призводить до водневої крихкості й, відповідно, до значної втрати міцності конструкції та до погіршення екологічної ситуації. Тому дуже важливим є застосування прогресивних ощадливих та екологічно чистих технологій нанесення покриттів методом ХТО із застосуванням вакууму, електричних розрядів різної природи, лазерного опромінення, пришвидшувачів частинок та інших пристроїв. До числа найбільш перспективних технологій відноситься азотування в жеврійному розряді (йонне азотування). Відомими вченими в галузі ХТО, а саме, Б. Н. Арзамасовим, В. І. Архаровим, О. В. Білоцьким, О. І. Бутенком, А. С. Горбуновим, Г. Н. Дубиніним, Ю. М. Лахтіним, Л. С. Ляховичем, А. Н. Мінкевичем, І. М. Пастухом, В. І. Похмурським, Д. А. Прокотячим та ін., створено теоретичну й експериментальну базу для вивчення та подальшого розвитку науково-технічного напрямку дослідження дифузійних покриттів [3].

Йонне азотування має істотні переваги порівняно зі стандартними процесами пічного насичення з газової фази, а саме: велику швидкість перебігу процесу (у 1,5–2 рази швидше); можливість проводити регульовані процеси азотування з оптимізацією дифузійних шарів за фазовим складом і будовою з урахуванням умов експлуатації деталей; мінімальні деформації виробів у процесі ХТО та збереження вихідного класу чистоти поверхні; велику економічність та екологічність процесу, високий коефіцієнт використання електроенергії, скорочення витрат насичувальних газів [4]. Переваги йонного азотування в плазмі жеврійного розряду порівняно з традиційними процесами азотування, їх сутність і галузі застосування висвітлено в багатьох роботах [5–11]. На сьогоднішній день, проте, бракує досліджень процесу азотування в

плазмі геліконного розряду, застосування якого є вельми перспективним через високу густину плазми, широкі можливості регулювання енергії, складу йонного потоку, енергоощадність, сталість функціонування в широкому діапазоні тисків газу та напруги, можливість спрямовувати потік йонів під різними кутами до азотованої поверхні. Перелічені можливості геліконного розряду роблять привабливим його використання в йонно-плазмових технологіях.

Порівняно з іншими типами газових розрядів (жеврійний, дуговий та ін.), високочастотний розряд низького тиску, через відсутність електрод, що розпоршуються, зберігає високу сталу чистоту плазми та має практично необмежений ресурс роботи.

Метою даної роботи є дослідження поверхневого зміцнення зразків з конструкційної сталі (сталь 45) методом йонного азотування в безводневому середовищі в плазмі геліконного розряду та визначення перспектив його застосування для зміцнення деталей тертя поліграфічних машин, що працюють здебільшого в абразивних і корозійно-абразивних середовищах.

3. МАТЕРІЯЛИ, ОБЛАДНАННЯ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ

Дослідження проводили на зразках із конструкційної сталі 45 у стані поставки, що не піддавалися попередньому термічному обробленню. Для формування дифузійних шарів методом йонно-плазмового азотування використовували створену в Інституті металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України спеціалізовану технологічну установку для формування вуглецевих нанотрубок в єдиному технологічному циклі, яку було переналаштовано під процес азотування. Загальний вигляд установки представлено на рис. 1 [12].

Установка вміщує геліконне джерело плазми, яке має робочу частоту у 13,56 МГц, і плазмодугові пришвидшувачі, об'єднані в одній вакуумній камері. Її експериментальний зразок розроблено та виготовлено у 2008 р. в рамках інноваційного проекту № 23 НАН України.

Геліконне джерело плазми призначено для попереднього йонно-плазмового очищення поверхні підкладинок і нанесення перехідних і каталітичних шарів. Плазмодугові пришвидшувачі використовуються для нанесення перехідних адгезійних шарів, шарів металу-каталізатору та для направлення на підкладинку додаткового потоку йонів з регульованою енергією та густиною (у проведених нами дослідженнях пришвидшувачі не були задіяні).

Окрім основного призначення, установку можна використовувати для нанесення високоякісних одно- та багатокомпонентних плівок металів, незалежно від температури топлення та величини

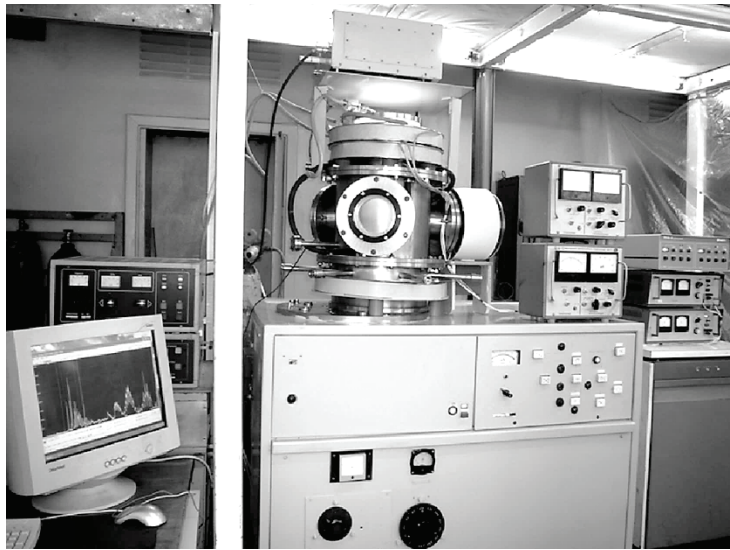


Рис. 1. Загальний вигляд установки для йонно-плазмового формування вуглецевих нанотрубок в єдиному вакуумно-технологічному циклі.

Fig. 1. General view of the device for the ion-plasma formation of carbon nanotubes in integrated vacuum-technological cycle.

електропровідності як на металеві, так і на діелектричні підкладки, для формування багатокомпонентних окисних і нітридних плівок.

Розрядна плазмова камера установки, схему якої наведено на рис. 2, складається з трьох технологічних відсіків, а саме: розрядної камери геліконного джерела, дрейфової камери, камери оброблення.

Усі три камери з'єднано між собою фланцями через вакуумні ущільнення. Схематичне зображення розрядної плазмової камери наведено на рис. 2. Камера оброблення, в якій розташовано столик з підкладкою, приєднується безпосередньо до фланця вакуумної системи. Над камерою оброблення розташовано дрейфову камеру з пристикованими вакуумно-дуговими пришвидшувачами. Дрейфову камеру з'єднано з розрядною камерою геліконного джерела. Зверху її закрито склом із кварцу, через яке в розряд вводиться ВЧ-енергія за допомогою антени, приєднаної через узгоджувальний пристрій до ВЧ-генератора.

Магнетну систему геліконного джерела плазми призначено створювати умови для збудження в плазмі розряду власних плазмових електромагнетних хвиль — так званих геліконних мод. При цьому створюються умови для ефективного поглинання зовнішньої ВЧ-енергії в плазмі та генерації плазми з високою гус-

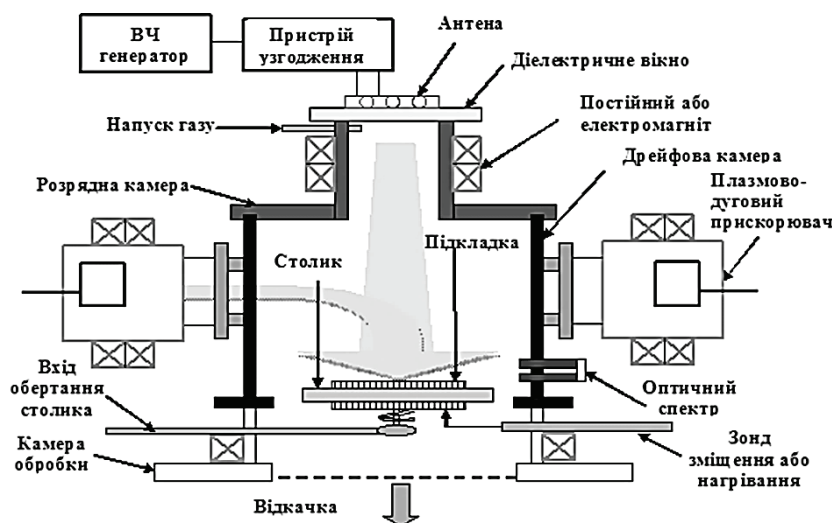


Рис. 2. Схематичне зображення розрядної плазмової камери.

Fig. 2. Schematic image of the discharge plasma camera.

тиною заряджених частинок.

Магнетна котушка, розташована в зоні камери оброблення (на рис. 2 не показана), забезпечує супровід плазмового потоку з геліконного джерела до підкладки, а також використовується для повороту потоку плазми з плазмодугового пришвидшувача в напрямку підкладки.

Зазначена конфігурація розрядної плазмової камери, яка функціонально поєднує в собі два джерела плазми — геліконний розряд і плазмодуговий пришвидшувач, уможливує реалізувати нову якість технологічного процесу. Паралельна робота геліконного джерела плазми та плазмодугового пришвидшувача забезпечує на всіх стадіях технологічного процесу постійну дію на підкладку йонного потоку. При цьому густина й енергія цього потоку мають значення, достатні для ефективного видалення з поверхні підкладки за рахунок механізму селективного розповсюдження адсорбованих легких компонент залишкового середовища, що не заважає основним технологічним операціям.

Проведені дослідження режимів плазмових розрядів уможливили вибрати оптимальні умови технологічного процесу. Контроль технологічних процесів в установці здійснювали за допомогою пристикованих малогабаритного оптичного спектрометра й електричного зонда з виводом інформації на монітор комп'ютера.

Для відкачування розрядної плазмової камери до граничного залишкового тиску, підтримування заданого тиску робочих газів

у технологічному процесі, забезпечення потрібних потоків робочих газів у камері геліконного джерела та в дрейфовій камері використовується вакуумна система, принципову схему якої наведено на рис. 3.

Вакуумна система включає високовакуумний агрегат на базі дифузійного насоса Н1, приєднаний через високовакуумний закрив З1 до камери оброблення, де розташований столик з підкладкою, на якій має формуватися відповідна наноструктура. Дифузійний насос Н1 на вході приєднаний через вакуумний клапан КЛ1 до механічного форвакуумного насоса Н2. Тиск у дифузійному насосі при відкачуванні форвакуумним насосом вимірюється термпарним датчиком Д1.

Попереднє розрядження в камері оброблення, яка є складовою частиною розрядної плазмової камери установки, забезпечується через лінію байпасного відкачування безпосередньо механічним насосом Н2. Для цього його з'єднано з камерою оброблення через вакуумний клапан КЛ2. Залишковий тиск і тиск робочого газу при його значенні менше 10 мТорр вимірюються йонізаційним датчиком Д2, а робочий тиск при значеннях вище 10 мТорр — термпарним датчиком Д3. Напуск атмосферного повітря в реакційну камеру для подальшої її розгерметизації здійснюється че-

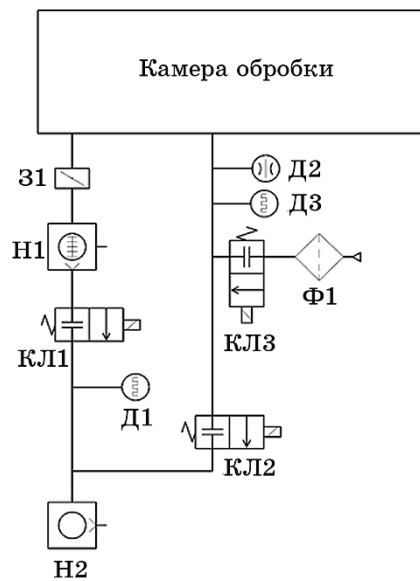


Рис. 3. Принципова схема вакуумної системи установки (розшифрування позначень наведено в тексті).

Fig. 3. Basic scheme of the vacuum system (explanatory notes are given in the text).

ТАБЛИЦЯ 1. Параметри режимів азотування для зразків зі сталі 45.**TABLE 1.** Parameters of nitridation modes for the samples of steel 45.

№ дослі- ду (зраз- ка)	Потужність генератора, Вт	Тиск газу (азот/суміш), мм. рт. ст.	Потенціал столика, В	Температура підкладинки, °С
1	600	$7 \cdot 10^{-3}$	-50	330
2	600	$7 \cdot 10^{-3}$	«Плаваючий»	330
3	600	$7 \cdot 10^{-3}$	-197	330
4	600	$7 \cdot 10^{-3}$, суміш (аргон 30%, азот 70%)	-50	330
5	600	$(5-7) \cdot 10^{-3}$, суміш (аргон 30%, азот 70%)	«Плаваючий»	330

рез фільтер Ф1 і клапан КЛ3 при закритих клапані КЛ2 і високовакуумній закривці З1.

Технологічний процес йонного азотування в розрядній плазмовій камері здійснювався в два етапи: 1) попереднє очищення зразка (плазмою в середовищі аргону), 2) процес азотування.

Попереднє очищення кожного зразка виконували таким чином:

- відкачування спільно задіяними дифузійним і форвакуумним насосами здійснювалося до значення тиску в робочій камері гібридного геліконно-дугового реактора порядку 10^{-4} мм. рт. ст.;

- величина потужності генератора, завдяки якій здійснювалася реалізація геліконного розряду, в режимі «Колона» $P = 600$ Вт;

- тиск робочого газу (аргону) під час очищення підкладинки становив $7 \cdot 10^{-3}$ мм. рт. ст.;

- потенціал столика $U = -50$ В;

- тривалість процесу очищення складала 5 хв.

Процес азотування розпочинався після закінчення очищення без вилучення досліджуваного зразка з робочої камери. Після очищення робочий газ аргон з камери відкачували та напускали азот (або суміш), в атмосфері якого реалізовувався режим «Колона» геліконного розряду. Тривалість процесу азотування становила 30 хв.

Параметри процесу азотування для кожного зразка наведено в табл. 1.

4. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Вимірювання мікротвердості поверхневого шару після азотуван-

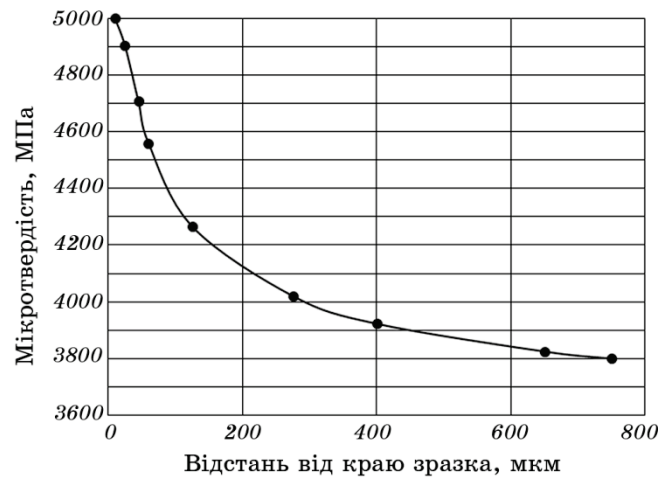


Рис. 4. Розподіл твердості по глибині азотованого шару при йонному азотуванні в геліконному розряді у зразку 5.

Fig. 4. Distribution of hardness on the depth of the nitrided layer under ion nitridation in the helicon discharge in the sample 5.

ня на перших чотирьох зразках показало дуже незначне збільшення мікротвердості по глибині проникнення. Також на поверхні цих зразків було виявлено утворення неконтрольованої поверхневої плівки, яка блокувала проходження йонів Нітрогену вглиб підкладки. Природа утворення цієї плівки та її хемічний склад надалі досліджуватимуться методом хемічної аналізи. На зразку 5 після азотування спостерігалось значне підвищення мікротвердості на певну глибину (рис. 4) за рахунок насичення поверхні йонами Нітрогену й утворення нітридних шарів.

Для порівняння результатів дослідження йонного азотування в геліконному та жеврійному розрядах на рис. 5 наведено залежності розподілу твердості по глибині азотованого шару, залежно від режимів йонного азотування в жеврійному розряді [7].

У процесі дослідження режимів азотування в жеврійному розряді змінювалися такі параметри: склад насичувального середовища — від 29 до 71% вмісту аргону, тиск у вакуумній камері — в межах 55–225 Па. Тривалість азотування та температуру залишали незмінними — 240 хв. і 570°C відповідно.

При азотуванні в геліконному розряді змінювалися: склад насичувального середовища (для зразків 1–3 подавався чистий азот, а для зразків 4–5 — суміш азоту з аргоном у співвідношенні 70 до 30) і тиск у вакуумній камері (для зразків 1–4 він становив 0,933254 Па, а для зразка 5 — в межах 0,66661–0,933254 Па); також для кожного дослідження змінювали потенціал столика (див.

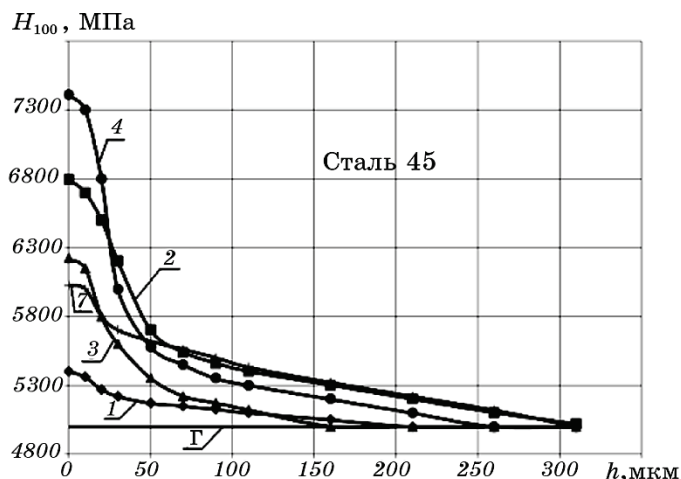


Рис. 5. Розподіл мікротвердості по глибині азотованого шару, залежно від режимів йонного азотування в жеврійному розряді [7]. Γ — загартована сталь; 1–4, 7 — режими азотування [7].

Fig. 5. Distribution of a microhardness on the depth of the nitrogen layer, depending on the modes of ion nitridation in the glow discharge [7]. Γ —hardened steel; 1–4, 7—nitridation modes [7].

табл. 1). Тривалість азотування, температуру та потужність генератора залишали незмінними — 30 хв., 330°C та 600 Вт відповідно.

Вихідна твердість досліджуваних зразків відрізняється, оскільки для зміцнення в геліконному розряді використовували сталь 45 у стані поставки, що не піддавалася будь-якому обробленню, а азотування в жеврійному розряді проводили на зразках, які перед випробуваннями пройшли різні термічне та хеміко-термічне оброблення: гартування, йонне азотування та нітрогартування (йонне азотування за оптимальним режимом з подальшим гартуванням). Але, незважаючи на це, з рис. 4 й 5 видно, що при азотуванні в жеврійному розряді твердість поверхні різко знижується (більше ніж на 50%), починаючи з глибини у 30 мкм, а до 300 мкм плавно наближається до вихідних значень. У випадку з азотуванням у геліконному розряді зменшення твердості по глибині відбувається плавно, а пониження твердості на 50% спостерігається, починаючи лише з глибини 120 мкм.

5. ВИСНОВКИ

Проведене дослідження демонструє перспективність вивчення та застосування пропонованого способу зміцнення поверхонь сталей-

вих деталей тертя, оскільки метода йонного азотування у високо-частотному геліконному розряді значно енергоощадніша та екологічно безпечніша, порівняно з іншими традиційними методами азотування, й уможливило скоротити тривалість технологічного процесу азотування у 10 і більше разів (середня тривалість технологічного процесу йонного азотування, наприклад, в жеврійному розряді становить 6–8 годин).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, *Азотирование стали* (Москва: Машиностроение: 1976).
2. Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеєв, Т. А. Панайоти, *Ионная химико-термическая обработка сплавов* (Москва: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана: 1999).
3. В. Г. Каплун, П. В. Каплун, *Ионное азотирование в безводородных средах* (Хмельницький: ХНУ: 2015).
4. К. О. Костик, В. О. Костик, *Вісник Національного технічного університету «ХПІ». Серія: Нові рішення в сучасних технологіях*, № 48: 21 (2014).
5. В. Г. Каплун, *Физическая инженерия поверхности*, 1, № 2: 141 (2003).
6. О. Ю. Рудик, *Вісник Національного технічного університету. Серія: Механіко-технологічні системи та комплекси*, № 19: 22 (2017).
7. П. В. Каплун, В. А. Гончар, Б. І. Тютюник, П. В. Матвіїшин, *Проблеми трибології*, № 2: 16 (2017).
8. И. М. Пастух, Г. Н. Соколова, Н. В. Лукьянюк, *Проблеми трибології*, № 3: 18 (2013).
9. О. В. Радько, О. Ю. Кумуржи, В. В. Жигінас, О. І. Кремешний, *Збірник наукових праць Харківського університету повітряних сил*, вип. 1: 156 (2013).
10. О. В. Соболев, А. А. Андреев, В. А. Столбовой, С. А. Князев, А. Е. Бармин, Н. А. Кривобок, *Восточно-Европейский журнал передовых технологий*, 2, № 5 (80): 63 (2016).
11. А. А. Андреев, В. М. Шулаев, Л. П. Саблев, *Физическая инженерия поверхности*, 4, № 3–4: 191 (2006).
12. Е. М. Руденко, І. В. Короташ, В. Ф. Семенюк, К. П. Шамрай, *Наука та інновації*, 5, № 5: 5 (2009).

REFERENCES

1. Yu. M. Lakhtyn and Ya. D. Kokhan, *Azotirovanie Stali* (Moscow: Mashinostroenie: 1976) (in Russian).
2. B. N. Arzamasov, A. H. Bratukhyn, Yu. S. Elyseev, and T. A. Panayoti, *Ionnaya Khimiko-Termicheskaya Obrabotka Splavov* (Moscow: Izd-vo MG TU im. N. E. Bauman: 1999) (in Russian).
3. V. G. Kaplun and P. V. Kaplun, *Ionnoe Azotirovanie v Bezzodorodnykh Sredakh* (Khmelnitskyi: KhNU: 2015) (in Russian).

4. K. O. Kostyk and V. O. Kostyk, *Visnyk Natsionalnogo Tekhnichnogo Universytetu 'KhPI'. Seriya: Novi Rishennya v Suchasnykh Tekhnologiyakh*, No. 48: 21 (2014) (in Ukrainian).
5. V. G. Kaplun, *Fizicheskaya Inzheneriya Poverkhnosti*, 1, No. 2: 141 (2003) (in Russian).
6. O. Yu. Rudyk, *Visnyk Natsionalnogo Tekhnichnogo Universytetu. Seriya: Mekhaniko-Tekhnologichni Systemy ta Kompleksy*, No. 19: 22 (2017) (in Russian).
7. P. V. Kaplun, V. A. Gonchar, B. I. Tiutiunyk, and P. V. Matviyishyn, *Problemy Trybologii*, No. 2: 16 (2017) (in Ukrainian).
8. I. M. Pastukh, G. N. Sokolova, and N. V. Lukianyuk, *Problemy Trybologii* No. 3: 18 (2013) (in Russian).
9. O. V. Radko, O. Yu. Kumurzhy, V. V. Zhyginas, and O. I. Kremeshnyi, *Zbirnyk Naukovykh Prats Kharkivskogo Universytetu Povitryanykh Syl*, Iss. 1: 156 (2013) (in Ukrainian).
10. O. V. Sobol, A. A. Andreev, V. A. Stolbovoy, S. A. Knyazev, A. E. Barmin, and N. A. Krivobok, *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 2, No. 5 (80): 63 (2016) (in Russian).
11. A. A. Andreev, V. M. Shulaev, and L. P. Sablev, *Fizicheskaya Inzheneriya Poverkhnosti*, 4, Nos. 3–4: 191 (2006) (in Russian).
12. E. M. Rudenko, I. V. Korotash, V. F. Semeniuk, and K. P. Shamrai, *Nauka Innov.*, 5, No. 5: 5 (2009) (in Ukrainian).