

На правах рукописи



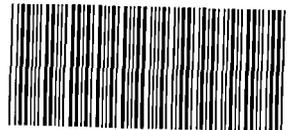
ВАФИН Руслан Каримович

**ВЛИЯНИЕ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ
В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ
НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ
ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ P6M5 И X12**

**Специальность 05.16.01 Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов**

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

г. Томск - 2013



005531810

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования
«Уфимский государственный авиационный технический университет»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии машиностроения Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Уфимский государственный авиационный технический университет»

Будилев Владимир Васильевич

Официальные оппоненты:

Данилов Владимир Иванович – доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории физики прочности Федерального государственного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

Овечкин Борис Борисович – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры материаловедения в машиностроении Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Ведущая организация: Открытое акционерное общество Институт технологии и организации производства, г. Уфа

Защита состоится 07.06. 2013 г. в 14³⁰ на заседании диссертационного совета Д003.038.01 при ИФПМ СО РАН по адресу: 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/4

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФПМ СО РАН

Автореферат разослан «9» 06 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор технических наук, профессор



О.В. Сизова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Интенсивное развитие отечественной металлургии и машиностроения отразилось на производстве и использовании в больших объемах инструментальных материалов со специальными свойствами. Появился ряд новых прогрессивных инструментальных сталей, что вызвало существенные изменения в структуре производства и потребления инструментальных сталей разного назначения. Среди быстрорежущих сталей доминирующее положение заняла сталь марки Р6М5. Широкое применение среди штамповых сталей нашла сталь Х12. Интенсификация процессов обработки металлов давлением обусловила необходимость дальнейшего повышения надежности и долговечности инструмента.

Повышение надежности и долговечности инструментальной и технологической оснастки в большинстве случаев связано с использованием сложно- и высоколегированных сталей (Р6М5, Х12) и оптимизацией их термической обработки. Однако такой путь часто является недостаточно эффективным. Альтернативой ему могут служить различные способы химико-термической обработки (ХТО) инструмента.

Среди всего многообразия способов ХТО следует выделить технологию азотирования, которая выгодно отличается от других технологий простотой реализации и экономичностью. Отметим, что традиционный процесс азотирования имеет существенные недостатки: невозможность регулирования состава и толщины упрочненного слоя, большая продолжительность диффузионного насыщения, невозможность получения слоя одинаковой толщины по всей обрабатываемой поверхности деталей сложной конфигурации.

Анализ современной литературы показал, что в области технологии азотирования наблюдается тенденция поиска новых высокоэффективных способов воздействия на рабочую поверхность инструмента с целью интенсификации диффузионного насыщения и повышения качества получаемых поверхностных слоев. Разработан и доводится до технологического совершенства метод азотирования в низкотемпературной плазме тлеющего разряда — ионное азотирование. Использование электрических разрядов в исходных газовых средах позволяет активизировать превращения не только в газовой среде вблизи обрабатываемой поверхности, но и в твердом, насыщаемом материале.

Известно, что при азотировании металлов и сплавов процесс получения насыщающего элемента в активном состоянии — ионизационный, обусловленный образованием ионов в рабочем пространстве, особенно вблизи поверхности обрабатываемого инструмента. Поэтому задача многократного увеличения числа актов ионизации и расширение технологических возможностей процесса ионного азотирования весьма актуальна. В данной работе предложено использовать магнитное поле как средство интенсификации ионизационных процессов в тлеющем разряде.

Целью работы является исследование влияния азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем на структуру, фазовый состав, микротвердость диффузионной зоны и разработка нового технологического процесса поверхностной ионной ХТО инструментальных сталей.

Для достижения поставленной цели сформулированы и решены следующие задачи:

1. Разработать способы ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем в вакууме инструментальных сталей Р6М5 и Х12.
2. Исследовать влияние магнитного поля на зондовые и вольтамперные характеристики тлеющего разряда.
3. Исследовать влияние параметров ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем на структуру, фазовый состав и распределение микротвердости в формирующейся диффузионной зоне в инструментальных сталях Р6М5 и Х12.
4. Разработать новый технологический процесс ионного азотирования инструментальных сталей Р6М5 и Х12 в тлеющем разряде с магнитным полем.

Научная новизна. В настоящей работе впервые:

– показано, что плотность плазмы азота при ионном азотировании в прикатодной области можно повысить путем наложения магнитного поля, силовые линии которого параллельны обрабатываемой поверхности;

– установлено, что при ионном азотировании в тлеющем разряде с магнитным полем сталей Р6М5 и Х12 в смеси газов (N_2 20% – Ar 75% – C_2H_2 5%) упрочненный слой преимущественно состоит из α -Fe, насыщенного азотом, с распределенными нитридами и карбонитридами легирующих элементов (CrN, Cr(C,N), (Fe, W)₆(C,N)), что обеспечивает повышение микротвердости и исключает формирование сплошного нитридного слоя на поверхности;

– установлено, что в условиях азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем толщина диффузионной зоны в 1,5 раза больше, а характер распределения микротвердости по глубине более плавный по сравнению с традиционным ионным азотированием при прочих равных условиях.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Совокупность экспериментальных данных о влиянии ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем на структуру, фазовый состав и микротвердость поверхностного слоя сталей Р6М5 и Х12.

2. Эффект наложения магнитного поля в процессе ионного азотирования в тлеющем разряде, позволяющий увеличить глубину упрочненного слоя и получить более плавное распределение микротвердости по глубине в сравнении с традиционным ионным азотированием при прочих равных условиях.

3. Способ ионного азотирования в плазме азота повышенной плотности, формирующейся в кольцевой области вращения электронов, которая создается скрещенными электрическими и магнитными полями. Использование способа увеличивает концентрацию заряженных частиц в зоне обработки, ток тлеющего

разряда и температуру поверхности деталей по сравнению с традиционным ионным азотированием.

Достоверность результатов исследований, представленных в диссертации, обеспечивается использованием современного оборудования и методов измерения (микротвердости – микротвердомером Micromet-5101; металлографических исследований азотированного слоя – фотомикроскоп Zeiss Axiotech 25HD; рентгеноструктурного анализа – ДРОН-4; контроля температуры – оптический пирометр «Термикс»; концентрации заряженных частиц – зондовая диагностика), а анализом литературных данных, сопоставлением полученных результатов с данными других авторов, хорошей воспроизводимостью экспериментальных данных, современными методами статистической обработки результатов эксперимента.

Практическая ценность работы

Зависимости температуры обрабатываемой поверхности от времени при различных значениях давления рабочего газа при обработке в тлеющем разряде с наложением магнитного поля, кривые зажигания тлеющего разряда в магнитном поле, а также зависимость фазового состава от температуры насыщения могут быть использованы при назначении технологических режимов ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем деталей инструментального назначения.

Способы ионного азотирования инструментальных сталей в тлеющем разряде с магнитным полем позволяют снизить себестоимость технологической операции азотирования за счет уменьшения энергозатрат, сокращения длительности процесса обработки, отсутствия необходимости в дорогостоящих защитных средах, простоты схемы обработки, не требующих проектирования специальных приспособлений, а также сравнительно невысокой стоимости оборудования.

Разработан и внедрен в производство технологический процесс ионного азотирования матриц холодновысадочного автомата для обрезки шести- и четырехгранников болтов, применяемых в производстве автономалей на заводе БелЗАН, г. Белебей, Башкортостан. Проведенные испытания показали, что стойкость штамповой оснастки повысилась в 3,5 – 4 раза.

Апробация работы Основные результаты работы докладывались и обсуждались на: научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» (Москва, 2009, 2010, 2011, 2012); Международной научно-технической и образовательной конференции «Образование и наука – производству» (г. Набережные Челны, 2010); Международной научно-практической конференции «Ресурсосберегающие технологии ремонта, восстановления и упрочнения деталей машин, механизмов, оборудования, инструмента и технологической оснастки от нано- до макроуровня» (Санкт-Петербург, 2010); International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows (г. Томск, 2010); Международном молодежном форуме «Будущее авиации за молодой Россией»

(г. Рыбинск, 2011); Международной научно-технической конференции «Современные проблемы машиностроения» (г. Томск, 2011); Conference of Young Scientists on Energy Issues (г. Каунас, 2012); Региональных научно-технических конференциях (г. Уфа, 2009, 2010, 2011, 2012).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 25 печатных работ, в том числе 5 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК и 3 патента РФ на изобретения.

Личный вклад автора заключается в совместной с научным руководителем постановке задач диссертации, проведении экспериментов, обработке полученных результатов, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, написании статей по теме диссертации.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 разделов, основных выводов и приложений, изложена на 141 странице, содержит 56 рисунков, 6 таблиц и библиографический список из 144 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы и применения ионно-плазменных технологий для обеспечения требуемых эксплуатационных свойств поверхности. Отражены научная новизна и практическая значимость работы, а также и положения, выносимые на защиту.

В первом разделе анализируются основные существующие на сегодняшний день методы азотирования, которые описываются в работах таких ученых, как Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н., Коган Я.Д., Коваль Н.Н., Андреев А.А., Пастух И.М., Герасимов С.А., Гусева М.И., Любимов В.В., Панайоти Т.А., Кашин О.А. Петрова Л.Г., Панин А.В.

Приводится обзор литературных источников, посвященных ионному азотированию инструментальных сталей, в частности, особенностям ионного азотирования штамповых и быстрорежущих сталей. Рассматриваются способы интенсификации процесса ионного азотирования. В заключение отмечается, что наиболее приемлемым способом интенсификации является использование магнитного поля, которое позволяет увеличить степень ионизации, что сказывается на времени диффузионного насыщения обрабатываемой поверхности подложки азотом. Кроме того, описаны процессы, протекающие в прикатодной области. Выделяются основные направления исследований и конкретизируются поставленные задачи.

По результатам анализа многочисленных исследований азотирования в тлеющем разряде, в области влияния технологических параметров и режимов обработки на качество и состав азотированного слоя, был выбран состав насыщающего газа: N – 50%, Ar – 45%, C₂H₂ – 5%, а также диапазон рабочего давления $p = 40 - 120$ Па для азотирования при температуре $T = 500^\circ\text{C}$.

На основании выше сказанного была сформулирована цель работы и поставлены задачи исследования.

Во втором разделе рассмотрены методики определения микротвердости, растровой электронной и оптической микроскопии, рентгеноструктурного анализа, контроля температуры, определения плотности ионного тока, моделирования магнитного поля на основе метода конечных элементов.

Приведено описание модернизированной установки ЭЛУ-5 и показаны основные модернизированные узлы и механизмы, рис. 1.

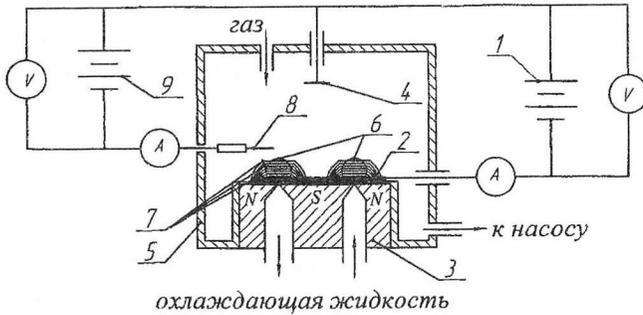


Рис. 1 - Принципиальная схема проведения экспериментов
1-ИП тлеющего разряда, 2-катод, 3-магнетрон, 4-анод, 5-вакуумная камера,
6-тороидальная область яркого свечения, 7-силовые линии магнитно поля,
8-зонд, 9-ИП зонда, 10-образец №1, 11-образец №2

Объектом для проведения исследований ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем были выбраны инструментальные стали P6M5, X12.

В третьем разделе представлены результаты экспериментов, целью которых было исследовать влияние магнитного поля на вольтамперные характеристики (ВАХ) тлеющего разряда.

Существенное влияние на ВАХ оказывает рабочее давление. Увеличение времени пребывания электронов в плазме тлеющего разряда при размещении катода в магнитном поле способствует смещению ВАХ вверх, рис. 2. ВАХ тлеющего разряда с магнитным полем, в отличие от традиционной схемы, имеет более крутой подъем, что указывает на эффективность процессов ионизации.

Зондовые измерения позволили определить области с высокой концентрацией заряженных частиц. Наибольшие значения плавающего потенциала наблюдаются вблизи катода - 6 мм над поверхностью, рис.3. По мере удаления от катода значения плотности ионного тока уменьшаются до $0,1 \text{ mA/cm}^2$. Максимальное значение плотности ионного тока наблюдается на расстоянии 6 мм от катода и 15 мм от оси магнитной системы, в области с повышенной индукцией магнитного поля.

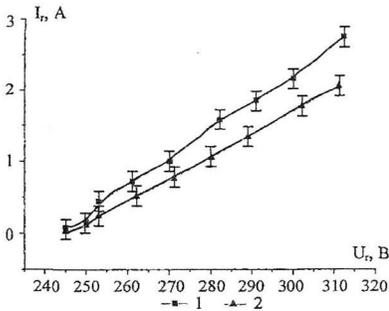


Рис. 2 - Вольтамперная характеристика тлеющего разряда (режим импульсный 50 кГц, 80%, смесь N_2 75% + Ar 20% + C_2H_2 5%, $P=100$ Па, 1 - в магнитном поле; 2 - без магнитного поля)

потенциалом на подложке ($\sim 400-500$ В), а с другой, - относительно сильным магнитным полем. Таким образом, электроны вынуждены совершать осцилляции вдоль силовых линий магнитного поля, что обеспечивает более эффективное использование их энергии.

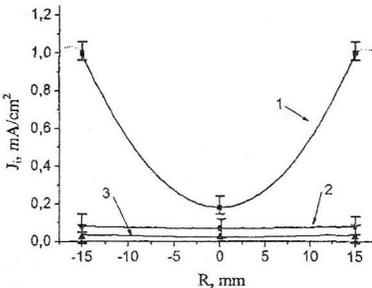


Рис. 3 - Радиальные распределения плотности ионного тока. Расстояние от катода: 1 - $L = 6$ мм; 2 - $L = 10$ мм; 3 - $L = 22$ мм ($p_{Ar} = 44$ Па, $I_p = 1,5$ А, $P = 0,9$ кВт)

В целях изучения процесса формирования и переноса носителей заряда в тлеющем разряде с магнитным полем было смоделировано магнитное поле методом конечных элементов и построено радиальное распределение индукции магнитного поля с помощью программы ELCUT, степень адекватности модели оценивали сравнением с экспериментальными данными.

Радиальное распределение индукции магнитного поля, рис. 4, объясняет характерное поведение тлеющего разряда в магнитном поле. Область распространения электронов, с одной стороны, ограничена относительно высоким отрицательным потенциалом на подложке

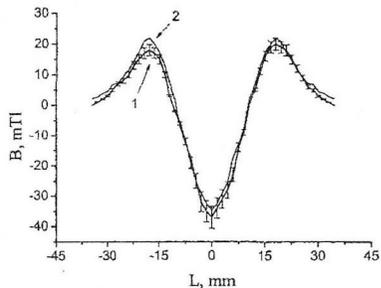


Рис. 4 - Радиальное распределение индукции магнитного поля на расстоянии 6 мм от катода: 1 - измеренное тесламетром ЭМ4305 (экспериментальное); 2 - смоделированное методом конечных элементов в программе ELCUT (расчетное)

В четвертом разделе представлены результаты исследования влияния ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем и без магнитного поля на структуру, фазовый состав и микротвердость инструментальных сталей Р6М5, X12. Приводится количественный анализ и анализ распределения

карбидных частиц по размеру до азотирования и после азотирования с магнитным полем и без магнитного поля стали Р6М5.

На рисунках 5 – 10 показаны микроструктуры сталей Р6М5 и Х12, подвергнутых ионному азотированию в тлеющем разряде и ионному азотированию в тлеющем разряде с магнитным полем. Анализ структуры сталей, прошедших азотирование в тлеющем разряде, показывает наличие темной диффузионной зоны, размер которой меняется в зависимости от технологических параметров тлеющего разряда. Диффузионная зона представляет собой α -фазу – азотистый феррит с ОЦК решеткой с распределенными карбидными, нитридными и карбонитридными фазами. Переход от азотированного слоя к нижележащим слоям плавный, что является одним из основных требований к микроструктуре азотированной стали.

Наложение магнитного поля при ионном азотировании стали Р6М5 в тлеющем разряде способствует увеличению толщины упрочненного слоя с 13 мкм до 84 мкм (в 6 раз) при давлении в вакуумной камере 44 Па, рисунки 6 и 10, и с 55 мкм до 84 мкм (в 1.5 раза) при температуре $T=500^\circ\text{C}$, рисунки 6 и 8.

Анализ микроструктур стали Х12 после азотирования, рисунки 5,7 и 9, также показал наличие упрочненного слоя в виде темной травящейся зоны. Наложение магнитного поля при ионном азотировании в тлеющем разряде способствует увеличению толщины упрочненного слоя с 16 мкм до 81 мкм (в 5 раз) при одинаковом давлении в вакуумной камере 44 Па, рисунки 5 и 9, и с 54 мкм до 81 мкм (в 1.5 раза) при одинаковой температуре $T=500^\circ\text{C}$, рисунки 5 и 7. При использовании магнитного поля складываются благоприятные условия для сорбционных процессов, в результате которых обеспечивается высокая концентрация диффундирующего элемента на поверхности катода, что приводит к формированию высокого градиента концентрации. Проведенные зондовые измерения, рис. 3, подтверждают формирование высокой концентрации активного насыщающего элемента. Таким образом, интенсификация ионного азотирования при наложении магнитного поля происходит вследствие ускорения диффузии активного азота в металле, главной движущей силой которой является градиент концентраций насыщающего элемента.

На всех образцах из стали Х12 в темной диффузионной зоне наблюдаются продолговатые структурные элементы белого цвета длиной до 30 мкм, рисунки 5,7 и 9. По своему строению, предположительно, это карбид M_7C_3 , который может быть как вторичным, выделяющимся из аустенита после отпуска, так и эвтектическим, образующимся при затвердевании. Фактом в пользу наличия данного карбида, является результаты рентгеноструктурного анализа, который показал наличие пиков карбидной фазы $(\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$. Карбид имеет своеобразное скелетообразное строение. Видимые пластинки представляют собой сечения дендритов.

Кроме азотистого мартенсита, в диффузионной зоне сталей Р6М5 и Х12 присутствуют нитриды легирующих элементов, так как они имеют большее химическое сродство к азоту, чем к углероду, особенно Cr.

Выделяющиеся в высокодисперсном виде нитриды CrN и карбонитриды Cr(N,C) существенно повышают твердость поверхностного слоя после азотиро-

вания. Наличие нитридов CrN и карбонитридов Cr(N,C) подтверждается и рентгеноструктурным анализом, рисунки 11, 12 и 13.

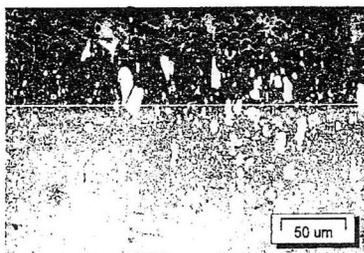


Рис. 5 - Микроструктура азотированной стали X12 в тлеющем разряде с магнитным полем при $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=44$ Па, $U=600\text{В}$

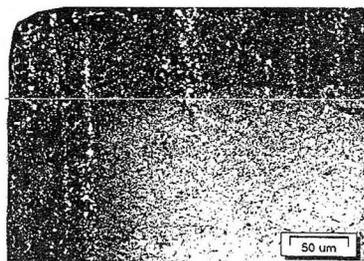


Рис. 6 - Микроструктура азотированной стали R6M5 в тлеющем разряде с магнитным полем при $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=44$ Па, $U=600\text{В}$

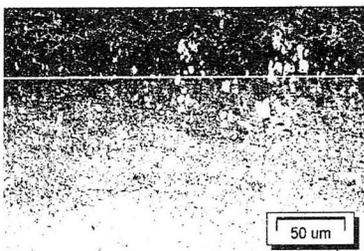


Рис. 7 - Микроструктура азотированной стали X12 в тлеющем разряде без магнитного поля при $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=120$ Па, $U=800\text{В}$

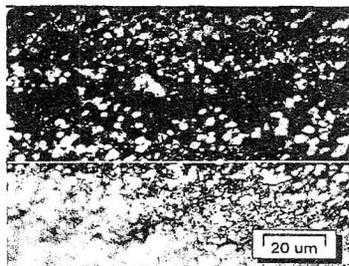


Рис. 8 - Микроструктура азотированной стали R6M5 в тлеющем разряде без магнитного поля при $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=120$ Па, $U=800\text{В}$

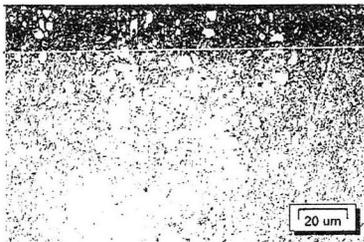


Рис. 9 - Микроструктура азотированной стали X12 в тлеющем разряде без магнитного поля при $T=380^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=44$ Па, $U=600\text{В}$

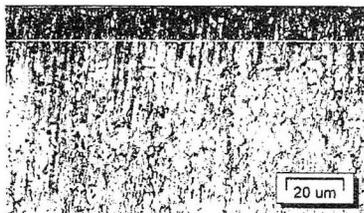


Рис. 10 - Микроструктура азотированной стали R6M5 в тлеющем разряде без магнитного поля при $T=380^{\circ}\text{C}$, $t=4$ часа, $p=44$ Па, $U=600\text{В}$

Таким образом, упрочнение при азотировании сталей Р6М5 и Х12, обусловлено образованием гетерофазной диффузионной зоны на базе азотистого феррита с высокодисперсными частицами нитрида активного нитридообразующего элемента Cr. Упрочненный слой, характеризующийся такой структурой, обеспечивает высокие эксплуатационные свойства азотированного инструмента из этих сталей.

Анализ дифрактограмм образцов из стали Р6М5, рис. 11, показывает, что на поверхности образцов после ионного азотирования в тлеющем разряде обнаружены рефлексы нитридов и карбонитридов легирующих элементов (CrN , $\text{Cr}(\text{C},\text{N})$), $(\text{Fe}, \text{W})_6(\text{C},\text{N})$), а также карбидов ($(\text{Cr}, \text{Fe})_7\text{C}_3$, Fe_3C). Следует отметить, что нитриды железа обладают большей теплоемкостью по сравнению с железом, при этом создаются благоприятные условия для предотвращения температурных всплесков на поверхности инструмента. Высокая твердость поверхности инструмента, не изменяющаяся при нагреве до 500°C , определяется наличием нитридов и карбонитридов хрома (CrN , $\text{Cr}(\text{C},\text{N})$), а износостойкость и низкая склонность к задирам – карбидами $(\text{Cr}, \text{Fe})_7\text{C}_3$, Fe_3C .

Сравнительный анализ дифрактограмм образцов из стали Р6М5, рисунки 11, 12 и 13, показывает, что азотирование при $P=44$ Па и $U=580$ В в магнитном поле приводит к заметному снижению дифракционного максимума $\alpha\text{-Fe}$. Предположительно, это происходит вследствие формирования твердого раствора азота в железе с большей концентрацией азота в нем. Послойный рентгеноструктурный анализ дает типичную картину изменения фазового состава по глубине. Дифракционный максимум $\alpha\text{-Fe}$ смещается в сторону больших углов отражения и приближается к значению, соответствующему исходному состоянию на глубине 50 мкм, рис. 12, а на глубине 100 мкм – фактически соответствует исходному состоянию, рис. 13.

Некоторое уширение в основании пиков $\alpha\text{-Fe}$, рис. 11, по сравнению с исходным состоянием, свидетельствует о формировании в упрочненном слое остаточных сжимающих напряжений, которые нужно связывать с относительно высокой концентрацией азота, вызывающих искажение кристаллической решетки металла.

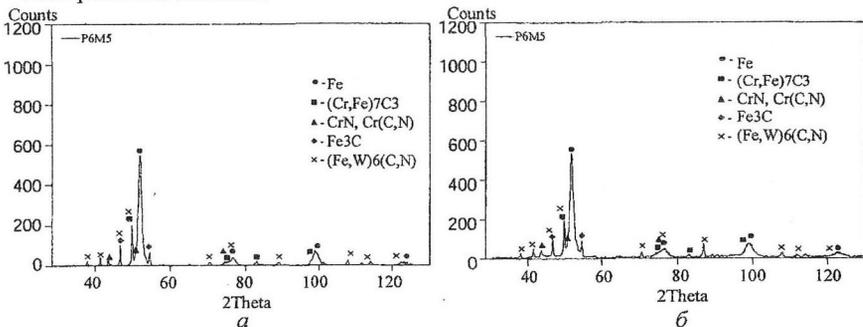


Рис. 11 - Дифрактограммы, снятые с поверхности (сталь Р6М5, $T=500^\circ\text{C}$, $t=4$ ч): а – азотирование в магнитном поле; б – азотирование вне магнитного поля

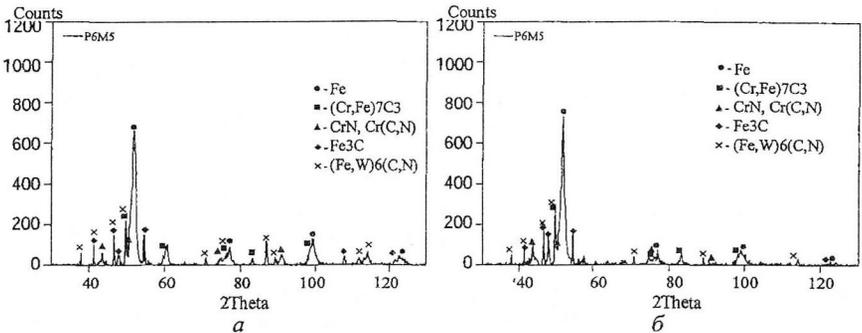


Рис. 12 - Дифрактограммы, снятые на глубине 50 мкм (сталь Р6М5, $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ ч):
а – азотирование в магнитном поле; б – азотирование вне магнитного поля

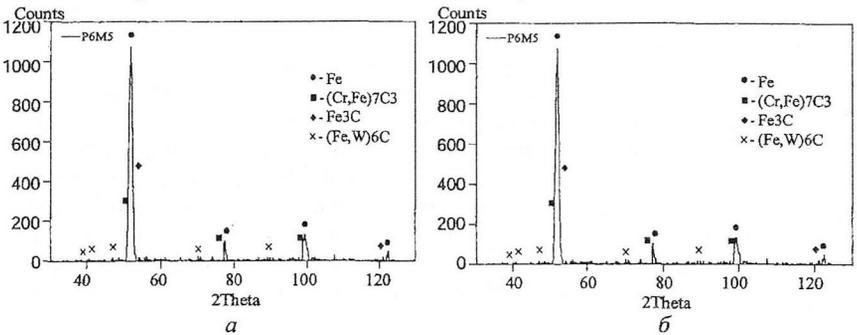


Рис. 13 - Дифрактограммы, снятые на глубине 100 мкм (сталь Р6М5, $T=500^{\circ}\text{C}$, $t=4$ ч):
а – азотирование в магнитном поле; б – азотирование вне магнитного поля

Анализ результатов измерения микротвердости, рис 14, показал, что ионное азотирование ведет к значительному увеличению микротвердости поверхности в 2–2,5 раза, что обусловлено формированием в поверхностном слое нитридных фаз с высоким процентным содержанием азота.

Видно преимущество ионного азотирования с магнитным полем перед традиционным ионным азотированием не только в характере распределения микротвердости, но и в глубине. Наблюдается увеличение глубины упрочненного слоя с ~ 54 мкм до ~ 84 мкм, примерно в 1,5 раза. На образцах, расположенных в магнитном поле, характер распределения микротвердости по глубине, рис.14, более плавный, что является одним из основных требований к упрочненному слою. Следует отметить, что изменение микротвердости по глубине согласуется с результатами анализа микроструктуры и фазового состава.

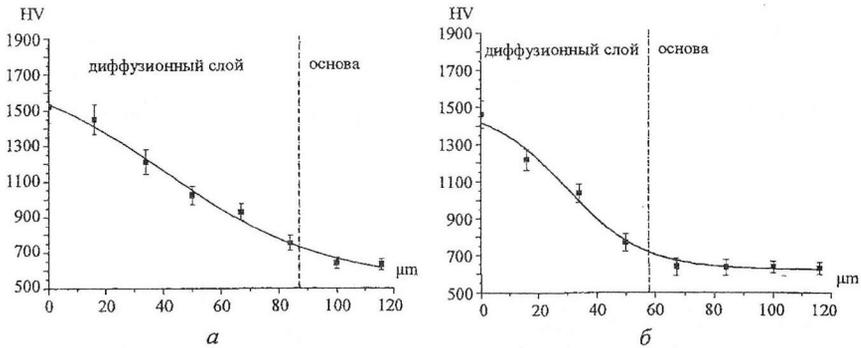


Рис. 14 - Распределение микротвердости по глубине на образцах из стали Р6М5 после: а - ионного азотирования с магнитным полем ($P=44$ Па, $T=500$ °С); б - ионного азотирования ($P=120$ Па, $T=500$ °С)

В пятом разделе представлены зависимости температуры поверхности от режимов обработки в тлеющем разряде с наложением магнитного поля и без него, которые показывают, что использование магнитного поля позволяет повысить температуру и скорость нагрева поверхности. При обработке в тлеющем разряде без магнитного поля при давлении 44 Па максимальная температура соответствует 340 °С. Использование магнитного поля позволяет повысить максимальную температуру поверхности до 500 °С при прочих равных условиях, что объясняется увеличением плотности тока тлеющего разряда.

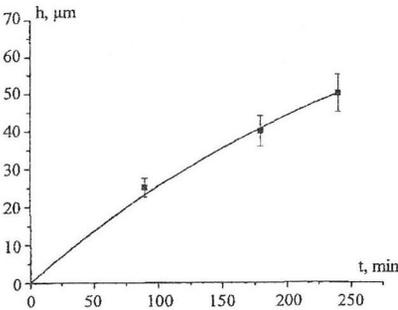
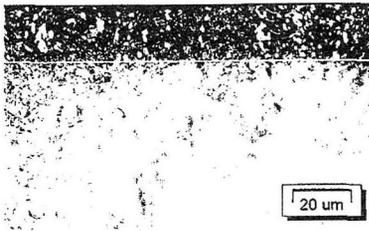
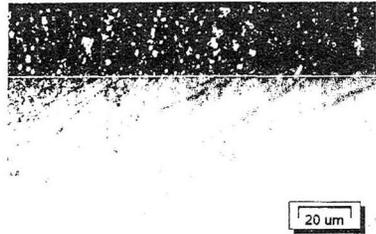


Рис.15 - Кинетика роста слоя при азотировании в тлеющем разряде, характерная для образцов из стали с содержанием углерода 0,82 %

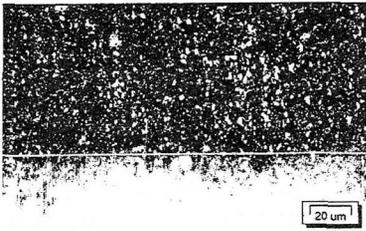
Известно, что скорость роста каждой фазы при азотировании зависит от интенсивности диффузионных процессов как ниже, так и выше лежащей зоны. Из приведенных данных, рисунки 15 и 16, видно, что использование магнитного поля позволяет интенсифицировать процесс азотирования, с одной стороны, за счет эффективного распыления оксидной пленки, которая способствует замедлению диффузии азота. С другой стороны, магнитное поле позволяет увеличить концентрацию заряженных частиц в зоне обработки, что способствует многократному увеличению градиента концентрации атомарного азота и росту скорости диффузии.



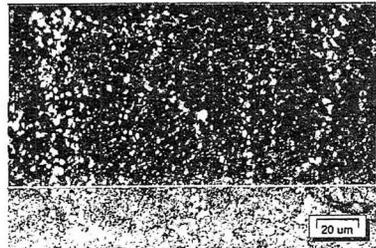
$t=15$ мин



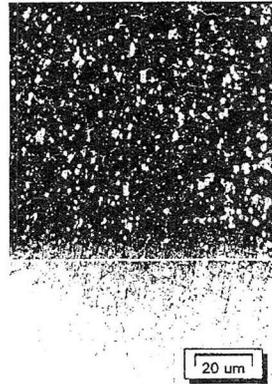
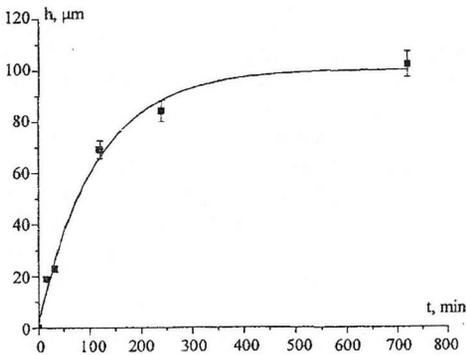
$t=30$ мин



$t=120$ мин



$t=240$ мин



$t=720$ мин

Рис. 16 - Кинетика роста слоя при азотировании образцов из стали Р6М5 в тлеющем разряде с магнитным полем ($P=44$ Па, $U=550$ В, $I=0,8$ А)

По результатам экспериментальных исследований в рамках диссертационной работы был разработан технологический процесс ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем. Производственные испытания обрешеченных матриц для холодновысадочного автомата показали экономическую эффективность и целесообразность применения разработанной технологии ионного азотирования в тлеющем разряде с наложением магнитного поля матриц, при этом стойкость штамповой оснастки повысилась в 3,5-4 раза.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Разработан способ ионного азотирования в плазме тлеющего разряда с магнитным полем инструментальных сталей, основанные на нагреве изделий в плазме азота повышенной плотности, отличающиеся тем, что плазму рабочего газа формируют в тороидальной области вращения электронов, которую создают скрещенными электрическим и магнитным полями.

2. Установлено, что для увеличения плотности плазмы в области катода необходимо создать в пространстве над ним магнитное поле, что позволяет эффективно удерживать электроны и предотвращать их уход. ВАХ тлеющего разряда с магнитным полем, в отличие от традиционного тлеющего разряда, имеет более крутой подъем, что указывает на эффективность процессов ионизации. Величина разрядного тока зависит от режима работы источника. Разрядное напряжение в частотном режиме ниже, чем в постоянном.

3. Установлено, что ионное азотирование в тлеющем разряде с магнитным полем приводит к интенсификации процесса насыщения и обеспечивает высокую кинетическую эффективность процесса по сравнению с традиционными методами азотирования. В результате для стали Р6М5 и Х12 наблюдается более плавное распределение микротвердости по глубине и происходит увеличение толщины упрочненного слоя в 1,5 раза, так как на поверхности катода складываются благоприятные условия для сорбционных процессов, обеспечивающих высокую концентрацию диффундирующего элемента, что приводит к формированию высокого градиента концентрации насыщающего элемента.

4. Экспериментально установлено, что ионное азотирование в тлеющем разряде с магнитным полем инструментальных сталей Р6М5 и Х12 при температуре 500 °С, давлении 44 Па в течение 4 часов приводит к образованию поверхностного модифицированного слоя, который состоит из α -Fe – азотистого феррита с распределенными нитридными и карбидными фазами (CrN , $\text{Cr}(\text{C},\text{N})$, $(\text{Fe}, \text{W})_6(\text{C},\text{N})$), обладающими повышенной твердостью. Нитридная фаза CrN присутствует в упрочненном слое в виде мелкодисперсных частиц.

5. В результате послойного рентгеноструктурного анализа установлено, что на расстоянии 50 мкм от поверхности образцов из стали Р6М5 после ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем выявляются рефлексы нитридов и карбонитридов легирующих элементов (CrN , $\text{Cr}(\text{C},\text{N})$, $(\text{Fe}, \text{W})_6(\text{C},\text{N})$), а также карбидов ($(\text{Cr}, \text{Fe})_7\text{C}_3$, Fe_3C). На расстоянии 100 мкм от поверхности фазовый состав фактически соответствует исходному состоянию.

6. Ионное азотирование в тлеющем разряде с магнитным полем является эффективным способом поверхностного упрочнения инструментальных сталей. При этом достигаются высокие значения поверхностной твердости до 1670 HV для стали Х12 и до 1520 HV для стали Р6М5.

7. Разработан технологический процесс ионного азотирования, основанный на фазовом модифицировании поверхностного слоя в тлеющем разряде с магнитным полем, который позволяет значительно сократить общее время обработки в 2-3 раза, энергозатраты и расход насыщающих газов. Производствен-

ные испытания матриц для холодновысадочного автомата показали экономическую эффективность применения разработанной технологии ионного азотирования, при этом стойкость штамповой оснастки повысилась в 3,5-4 раза.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых журналах из перечня ВАК:

1. Будилов, В.В. Азотирование быстрорежущей стали Р6М5 в тлеющем разряде с наложением магнитного поля [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Вафин Р.К. // Упрочняющие технологии и покрытия. - 2010. - №5. - С. 39-42.
2. Рамазанов, К.Н. Разработка способа ионного азотирования инструментальной стали Х12 в скрещенных электрических и магнитных полях [Текст] / К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Вестник УГАТУ. - Уфа, 2011. № 1. - С. 101- 104.
3. Будилов, В.В. Ионное азотирование инструментальных сталей с наложением магнитного поля [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Вафин Р.К. // МИТОМ – 2011. - №7. - С. 40 – 42.
4. Будилов, В.В. Влияние скрещенных электрических и магнитных полей на ионное азотирование в тлеющем разряде [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Вафин Р.К. // Физика и химия обработки материалов. - 2011. - №6. - С. 43 – 53.
5. Вардадян, Э.Л. Упрочнение штамповой оснастки комбинированной обработкой в вакууме [Текст] / Вардадян Э.Л., Киреев Р.М., Рамазанов К.Н., Вафин Р.К., Ягафаров И.И., Валиев Р.Ш. // Кузнечно-штамповое производство. - 2012. - №01. - С. 28 – 31.

Статьи в других изданиях:

1. Пат. 2409700 Российская Федерация, МПК⁷ С23С8/36, С21D9/30. Способ азотирования в плазме тлеющего разряда [Текст] / Будилов В. В., Киреев Р. М., Рамазанов К. Н., Вафин Р. К.; патентообладатель Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. - № 2009125030/02 ; заявл. 30.06.09; опубл. 20.01.11, Бюл. №2 – 4 с. : ил.
2. Пат. 2413784 Российская Федерация, МПК⁷ С23С8/36, С21D9/30. Способ ионного азотирования стали [Текст] / Киреев Р. М., Рамазанов К. Н., Вафин Р. К.; патентообладатель Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. - № 2009125018/02 ; заявл. 30.06.09; опубл. 10.03.11, Бюл. №7 – 4 с. : ил.
3. Пат. 2418095 Российская Федерация, МПК⁷ С23С8/36, С21D9/30. Способ вакуумного ионно-плазменного азотирования изделий из стали [Текст] / Будилов В. В., Рамазанов К. Н., Вафин Р. К.; патентообладатель Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. - № 2009124870/02 ; заявл. 29.06.09; опубл. 10.05.11, Бюл. №1 – 4 с. : ил.
4. Будилов, В.В. Вакуумное ионно-плазменное азотирование в скрещенных электрических и магнитных полях инструментальных сталей [Текст] / В.В.

- Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Критические технологии Республики Башкортостан: физико-математические основы и пути их решения: сб. науч. тр. / Уфа: Изд. Гилем, - 2009.- С. 90 - 101.
5. Будилов, В.В. Ионное азотирование с применением магнитного поля [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Вакуумная наука и техника: материалы Всероссийской научно – технической конференции. – Москва, 2009. С. 217 - 220.
 6. Будилов, В.В. Ионное азотирование в тлеющем разряде в магнитном поле [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Материалы международной научно-технической и образовательной конференции «Образование и наука - производству». - Кам. Г.И-Э.А. 2010. С. 104 – 106.
 7. Будилов, В.В. Ионное азотирование инструментальных сталей в вакууме [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Материалы всероссийской молодежной научной конференции «Мавлотовские чтения». -Уфа 2009. том №2. С. 177 - 178
 8. Будилов, В.В. Технология ионного азотирования инструментальных сталей в магнитном поле [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Материалы научно-технического семинара «Прогрессивные технологии и оборудование механосборочного производства». -М, МАМИ 2009. С. 182 - 185
 9. Будилов, В.В. Особенности ионного азотирования инструментальных сталей в тлеющем разряде с магнитным полем [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Материалы докладов 12 международной научно-практической конференции «Ресурсосберегающие технологии ремонта, восстановления и упрочнения деталей машин, механизмов, оборудования, инструмента и технологической оснастки от нано- до макроуровня». -Спб Политех. ун-та 2010. том №2 С. 549 - 553
 10. Будилов, В.В. Применение магнитного поля при ионном азотировании инструментальных сталей [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // IV международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Научный потенциал студенчества в XXI веке». - Сев. Кав. ГТУ, 2010, -С. 295-296
 11. Ramazanov, K.N. Surface Modification of Tool Steel during Ion Nitriding in Magnetic Field [Text] / R.K. Vafin, K.N. Ramazanov// 10th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceedings. Tomsk: Publishing House of the IOA SB RAS, 2010. 458-461 p
 12. Рамазанов, К.Н. Применение магнитного поля в ионном азотировании инструментальных сталей [Текст] / К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Высокие технологии в машиностроении: материалы Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. - Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2009. -284 с.
 13. Будилов, В.В. Исследование характеристик тлеющего разряда в скрещенных ЕхВ полях [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Вакуумная наука и техника: материалы Всероссийской научно – технической конференции. – Москва, 2010. – С.182-186

14. Рамазанов, К.Н. Технология упрочнения режущего инструмента в тлеющем разряде с магнитным полем [Текст] / К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Инновации, проблемы машиноведения, процессов управления и критических технологий в машиностроении РБ. сб. науч. тр. / Уфа: Изд. Гилем, - 2010. - С.145-150
15. Рамазанов, К.Н. Технология ионного азотирования деталей ГТД в тлеющем разряде с эффектом полого катода [Текст] / К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Будущее авиации за молодой Россией: Материалы Международного молодежного форума. - Рыбинск: РГТА имени П.А. Соловьева, 2011 С. 65-71
16. Будилов, В.В. Исследование характеристик тлеющего разряда при азотировании инструментальных сталей в условиях интенсивной ионной бомбардировки [Текст] / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин // Современные проблемы машиностроения: труды VI Международной научно-технической конференции / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011 – С. 419-424
17. Вафин, Р.К. Технология структурно-фазового модифицирования в тлеющем разряде с наложением магнитного поля [Текст] / Р.К. Вафин, К.Н. Рамазанов // Материалы XVIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» - М.: МИЭМ, 2011. –С.206-209
18. Vafin, R.K. Effect of crossed electric and magnetic fields on ion nitriding in a glow discharge [Text] / R.K. Vafin, K.N. Ramazanov// Conference of Young Scientists on Energy Issues - Kaunas.: Lithuania Energy Institute, 2012. 142-147 p
19. Вафин, Р.К. Оценка влияния магнитного поля на характеристики тлеющего разряда [Текст] / Р.К. Вафин, В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов // Материалы XIV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» - М.: МИЭМ, 2012. –С.176-180
20. Vafin, R.K. Effect of applying a magnetic field on the ion nitriding in a glow discharge [Text] / R.K. Vafin, V.V. Budilov, K.N. Ramazanov// Proceedings of the 25th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum - Tomsk: IHCE SB RAS, 2012. - p.545-548

ВАФИН Руслан Каримович

ВЛИЯНИЕ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ
В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ
НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ
ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ Р6М5 И Х12

Специальность 05.16.01 Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Подписано к печати 26.03.2013 г. Формат 60x84 1/16
Бумага офсетная. Печать плоская. Гарнитура Times New Roman.
Усл. печ. л. 1,0. Уч.-изд. 1,0.
Тираж 100 экз. Заказ № 170

ФГБОУ ВПО Уфимский государственный авиационный
технический университет
Центр оперативной полиграфии
450000, Уфа-центр, ул.К. Маркса, 12