

УДК 621.785.532

## ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ГАЗОВОЙ СРЕДЫ НА ПРОЦЕСС ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ 15X16K5H2MBФАБ-Ш

А. И. Юнусов<sup>1</sup>, Р. С. Есипов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>eddie-stevens@mail.ru, <sup>2</sup>esromles@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» (УУНИТ)

**Аннотация.** Определено влияние газовой насыщающей среды в вакуумной камере на процесс ионного азотирования коррозионностойкой жаропрочной мартенситной стали 15X16K5H2MBФАБ-Ш. Проведен обзор зависимости выходных параметров (толщины слоя, микротвердости) от параметров процесса азотирования. В данной работе предложены оптимальные значения содержания рабочих газов в газовой насыщающей среде.

**Ключевые слова:** ионное азотирование, тлеющий разряд, диффузия, мартенситная сталь, микротвердость, водородное охрупчивание.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время эффективным методом поверхностного упрочнения деталей механизмов и машин для повышения коррозионной стойкости, сопротивления усталости, износостойкости, контактной выносливости является ионное азотирование [1].

Ионное азотирование с применением плазмы тлеющего разряда в сравнении с традиционными методами химико-термической обработки позволяет достичь такие важные преимущества как: большая скорость насыщения азотом; появление диффузионных слоев определенного фазового состава; низкая шероховатость поверхности; возможность азотирования материалов подвергающихся пассивации не применяя вспомогательной депассивирующей обработки; значительное уменьшение суммарного времени процесса обработки; высокая экономичность процесса за счет снижения потребления электроэнергии и сокращения расхода газов насыщающей среды; экологическая чистота процесса [2, 3].

При ионном азотировании состав газовой насыщающей среды значительно влияет на толщину слоя, микротвердость, структуру, свойства и скорость образования упрочненного слоя, что представляет собой диффузию азота в поверхность [4, 5]. Применение насыщающих сред, содержащих аргон и малое количество водорода (до 5%) дает возможность увеличить скорость диффузионного насыщения поверхности азотом. Так как водород является хорошим восстановителем, он сдерживает образование оксидов железа на поверхности обрабатываемой детали, усложняющих процесс азотирования, при этом интенсифицируя процесс [5]. Однако наличие водорода в газовой среде в существенных количествах приводит к охрупчиванию поверхности и к разупрочнению основы, что в конкретных условиях приводит к уменьшению прочности и срока службы элементов механизмов и машин. Добавление аргона в водородосодержащую насыщающую среду ведет к увеличению пластичности азотированного слоя [6, 7] и образованию многочисленных дефектов, образующихся при бомбардировке поверхности аргоном, что ускоряет процесс диффузии азота в структуре материала [4]. Следовательно, улучшение качества процесса ионного азотирования вследствие поиска оптимального состава газовой насыщающей среды является актуальной задачей. Но при этом до сих пор не выявлен

оптимальный состав рабочей газовой среды, который определял бы наиболее подходящие технологические параметры (давление газа, напряжение между электродами, температура поверхности детали) в процессе ионного азотирования.

Целью данной работы является исследование влияния состава газовой насыщающей среды на технологические параметры в процессе ионного азотирования мартенситной стали и определение оптимального состава газовой среды.

### ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

Сталь 15X16K5H2MBФAB-III – коррозионностойкая жаропрочная высоколегированная мартенситного класса, применяется при производстве деталей крепления высокотемпературных печей обжига, элементов двигателей внутреннего сгорания, ракетных сопел, авиационных турбореактивных двигателей. Химический состав стали приведен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав стали 15X16K5H2MBФAB-III

Химический состав, %									
C	S	P	N	Cr	V	Co	Ni	Nb	Mo
0,14-0,16	≤0,03	≤0,035	≤0,4	15-17	≤0,7	4,8-5,2	1,9-2,2	≤0,3	≤0,6

Схема (рис. 1) представляет зависимость результатов азотирования от начальных параметров процесса и обрабатываемого материала. Необходимое качество упрочнения (толщину слоя, твердость) можно приобрести различными сочетаниями параметров процесса азотирования (температурой, временем), однако нужно учитывать зависимость получаемых результатов от каталитической активности обрабатываемой поверхности, массы материала и массы оснастки, давления, скорости потока и кратности обмена атмосферы, скорости нагрева и охлаждения [1].

Из источника [1] известно, что температура азотирования обычно находится в пределах 470 – 580 °С, напряжение 400 – 1100 В, давление 133 – 1330 Па. Рабочее давление ограничивается свойствами тлеющего разряда. При давлении ниже 133 Па энергия ионов мала для нагревания обрабатываемой детали до рабочей температуры, при давлении выше 1330 Па появляется нестабильность разряда, тлеющий разряд переходит в дуговой, что сопровождается возникновением на поверхности оплавленных микроскопических кратеров.

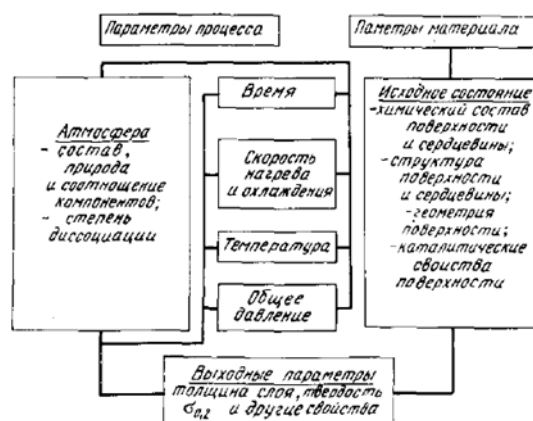


Рис. 1. Связь выходных параметров процесса от параметров процесса и обрабатываемого материала

Повышение давления в рабочем интервале ведет к увеличению толщины диффузионного слоя; также влияет на толщину слоя и повышение напряжения [6].

Выбор подходящего давления обусловлен сложностью конфигурации детали, так как с изменением давления изменяется протяженность катодной части разряда. С повышением давления от 133 до 1330 Па зона катодной части разряда сокращается от 10 до 1 мм. Это нужно учитывать для поддержки равномерности диффузионного слоя по периметру детали.

Азотсодержащими газами могут быть аммиак, азот и смесь азота с водородом. В азотной плазме наличие кислорода неприемлемо, так как при этом уменьшается активность рабочей атмосферы; водород незначительно влияет на рост слоя.

В качестве аналога коррозионностойкой мартенситной стали 15X16K5H2MBФAB-III может выступать коррозионностойкая мартенситная сталь 13X11H2B2MФ-III. Данные стали лишь немного отличаются по своему химическому составу.

По источнику [2] можно определить оптимальную температуру азотирования для стали 13X11H2B2MФ-III составляющую  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (табл. 2).

Таблица 2

Режимы газового и ионного азотирования деталей

Сталь	Температура азотирования, К (°C)	Толщина слоя, мм	Выдержка, ч	Твердость	
				поверхности HRN <sub>15</sub>	сердцевины HRC или HB
38X2MЮA	823 (550)	0,4–0,6	35–40	≥88	30–37
		0,57	24	91	36
30X3BA	773 (500)	0,2–0,5	50–55	≥89	30–40
		0,27	20	91–92	38
30X3BA	773 (500)	0,15–0,45	50–55	≥90	30–40
		0,27	20	91,5	31,5
13X11H2B2MФ	873 (600)	0,1–0,4	16–35	≥85	285–388
		0,25	9	90	363
2X18H8B2	873 (600)	0,08–0,45	60–70	HRC > 56	285–388
		0,13	20	HRC = 60	302
13X11H2B2MФ	873 (600)	0,1–0,4	16–20	≥87	21,5–37
		0,25	9	90	35

Рассматривая источник [8] выясняется, что температура поверхности изделия при ионном азотировании без вспомогательного нагрева рабочего пространства вакуумной камеры определяется энергией и плотностью потока ионов. Плотность потока ионов всех компонентов газовой смеси зависит от их процентного соотношения в вакуумной камере и давления среды, а энергия от массы заряженных частиц и разности потенциалов между электродами. Следовательно, при разном содержании компонентов газа насыщающей среды изменяется температура поверхности изделия и технологические параметры азотирования.

Известно [5], что под воздействием электрического поля тлеющего разряда заряженные частицы газовой насыщающей среды (аргона и азота) бомбардируют поверхность катода с большой энергией, которая в 5000 раз (при напряжении 1200 В) превышает энергию атомов азота при газовом азотировании. Ионы аргона, имеющие значительно большую массу и радиус, поддерживают более интенсивное распыление металла во время ионной очистки по сравнению с водородом. На упрочняемой поверхности появляется большое количество дефектов, которые способствуют ускорению диффузии азота в металле, что доказывается результатами металлографических и рентгеновских исследований.

Исследования по сравнению влияния водородосодержащей и безводородной сред на скорость азотирования [5] показали, что константа скорости процесса ионного азотирования в азот-аргоновой среде (N – 75%; Ar – 25%) значительно выше по сравнению с водородосодержащей средой (N – 75%; H – 25%) и смесью азота с гелием для всех испытываемых сталей.

По проведенным исследованиям [9] поиска оптимального состава газовой насыщающей среды для стали 12X18H10T при температуре  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ , давлении  $P=150\text{ Па}$  определено, что оптимальным является состав со следующим процентным содержанием компонентов: Ar – 55%, N<sub>2</sub> – 30% и H<sub>2</sub> – 15%. При этом составе рабочего газа достигается высокая скорость роста

упрочненного слоя, при этом в приповерхностных слоях отсутствуют трещины и сколы, которые возникают из-за водородного охрупчивания стали.

Исходя из исследований [10] было установлено, что изменение технологических режимов в диапазонах:  $P=50-300$  Па,  $U=300-600$  В,  $I=100-540$  мА,  $j=12-27$  мА/см,  $T=550$  °С, при азотировании в смеси азота с аргоном ( $N_2 - 75\%$ ,  $Ar - 25\%$ ) не эффективно для стали 13X11H2B2MФ-Ш. Это можно объяснить тем, что при распылении обрабатываемой поверхности происходят разрушение оксидной пленки и диссоциация кислорода, который сдерживает внедрение азота вглубь обрабатываемой поверхности. Для дезактивации кислорода, при ионном азотировании, в рабочем газе должно быть малое количество водорода.

При азотировании в смеси азота, аргона и ацетилена ( $N_2 - 50\%$ ;  $Ar - 45\%$ ;  $C_2H_2 - 5\%$ ) на различных режимах наблюдается увеличение твердости на поверхности до 11100 МПа. При этом данная поверхностная микротвердость была получена при давлении 750 Па (табл. 3).

Исходя из вышеперечисленных данных принято, что давление газа соответствует значению  $P=300$  Па.

Таблица 3

Толщина и твердость азотированного слоя

Технологический процесс ионного азотирования		Режимы ионного азотирования					Исходная микротвердость, МПа	Толщина слоя, мм	Поверхностная микротвердость после азотирования, МПа
		$t, ^\circ C$	$\tau, ч$	$U, В$	$I, А$	$P, Па$			
16ХЗНВФМБ-Ш	Типовой ТП ("Эльтропульс")	600	18	600	0,15	750	4170	0,15	12100
	Разработанный ТП с ЭПК (ЭЛУ-5)	550±10	6	450	0,5	100		0,25	12400
			3					0,19	12600
13Х11Н2В2МФ-Ш	Типовой ТП ("Эльтропульс")	600	18	600	0,15	750	4050	0,2	11100
	Разработанный ТП с ЭПК (ЭЛУ-5)	550±10	6	450	0,5	100		0,30	11250
			3					0,25	11500

Протекание двух конкурирующих процессов: катодного распыления и обратного катодного распыления, зависящие от технологических параметров ионного азотирования, влияют на строение азотированного слоя и на его фазовый состав. В зависимости от характера протекания этих процессов есть возможность получить диффузионный слой на базе высокоазотистого  $\alpha$ -твердого раствора без поверхностной нитридной зоны и с поверхностной нитридной зоной. Наличие водорода в газовой среде способствует появлению однофазных нитридных зон с  $\gamma'$  – фазой ( $Fe_4N$ ) и  $\epsilon$  – фазой ( $Fe_{2-3}N$ ). При этом в нитридной зоне отсутствуют поры и концентрация азота меняется в пределах от 5,9 до 17 % по массе [6]. Диаграмма состояния железо-азот представлена на рисунке 2.

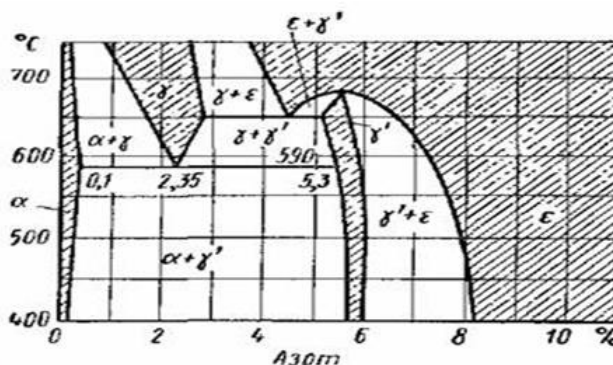
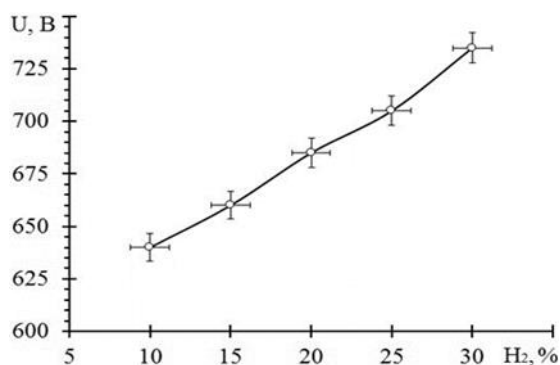


Рис. 2. Диаграмма состояния железо-азот

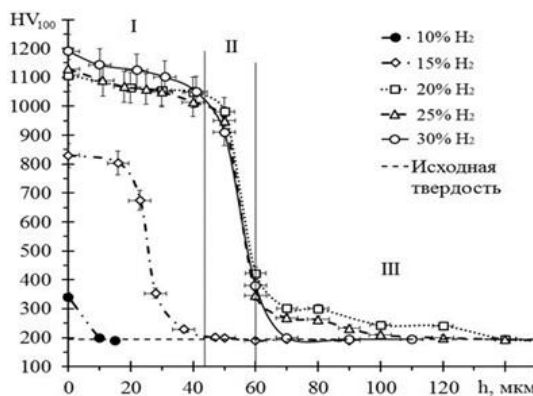
Рассматривая исследования [9] выяснилось, что для поддержания температуры обработки  $T=550$ °С нужно увеличивать энергию потока ионов за счет увеличения напряжения разряда от

640 до 730 В при изменении концентрации водорода в рабочем газе от 10 до 30%, т.к. плотность потока ионов аргона снижается, из-за уменьшения его содержания в рабочей газовой среде (рис. 3).



**Рис. 3.** Зависимость напряжения между электродами, обеспечивающая температуру образцов  $T=550$  °С, от концентрации водорода в вакуумной камере

Проведя ионное азотирование при концентрации водорода в рабочем газе от 15 до 30%, рассматривая график зависимости микротвердости поверхности от толщины слоя (рис. 4), с увеличением расстояния от поверхности в зоне внутреннего азотирования микротвердость постепенно снижается (зона I), после этого видно более резкое снижение микротвердости (зона II) с последующим постепенным выравниванием до твердости основного материала (зона III). Из графика видно, что изменение содержания водорода от 10 до 20% приводит к возрастанию микротвердости поверхности от 350 до 1100 HV100. Дальнейшее изменение содержания водорода от 20 до 30% незначительно увеличивает твердость поверхности от 1100 до 1200 HV100.



**Рис. 4.** Распределение микротвердости по толщине слоя в зависимости от концентрации водорода в вакуумной камере

По графику зависимости толщины слоя от содержания водорода в рабочем газе (рис. 5) видно, что при увеличении концентрации водорода от 10 до 20% в газовой насыщающей среде происходит увеличение толщины упрочненного слоя с 7 до 95 мкм, показывая интенсификацию процесса диффузионного внедрения азота вглубь материала. Последующее увеличение содержания водорода в вакуумной камере от 25 до 30% проходит с плавным уменьшением скорости роста упрочненного слоя, вследствие чего происходит уменьшение толщины слоя до 80 и 65 мкм соответственно. Равномерное увеличение скорости роста упрочненного слоя вызвано интенсификацией процесса внедрения азота в металл из-за удаления оксидной пленки. Уменьшение толщины упрочненного слоя обусловлено уменьшением содержания аргона в газовой насыщающей среде.

По вышеприведенным данным следует что наиболее оптимальным содержанием водорода в газовой насыщающей среде составляет  $H_2 - 15\%$ . Оптимальная концентрация аргона в рабочей газовой среде находится в диапазоне  $Ar - 45 \dots 55\%$ . Подобранные значения содержания аргона в газовой смеси составляет  $Ar - 50\%$ . Исходя из этого содержание азота в газовой среде составляет  $N_2 - 35\%$ .

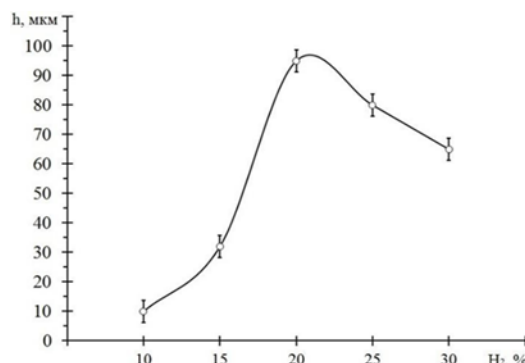


Рис. 5. Зависимость толщины упрочненного слоя от концентрации водорода в газовой среде

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе проведенного исследования влияния газовой насыщающей среды на технологические параметры и процессы диффузии при ионном азотировании коррозионноустойчивой мартенситной стали 15X16K5H2MBФАБ-III определено, что при температуре  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , давлении  $P=300\text{ Па}$  оптимальные значения содержания рабочих газов в газовой насыщающей среде следующие:  $N_2 - 35\%$ ,  $Ar - 50\%$ ,  $H_2 - 15\%$ . Данный состав газа обеспечивает высокую скорость роста азотированного слоя в металле и высокое значение микротвердости по толщине слоя.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Лахтин Ю.М.** Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г. Й. Шпис, З. Бемер. М.: Metallurgia, 1991. 320 с.
2. **Арзамасов Б. Н.** Химико-термическая обработка металлов в активизированных газовых средах / Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеев, Т. А. Панайоти. М.: Изд-во МГТУ им. Баумана, 1999. 400 с.
3. **Чаттерджи-Фишер Р.** Азотирование и карбонитрирование / Р. Чаттерджи-Фишер. М.: Metallurgia, 1990. 280 с.
4. **Пастух И. М.** Нейтральные компоненты при азотировании в тлеющем разряде / Журнал технической физики. 2013. Т. 83, № 8. С. 144–147.
5. **Каплун В. Г.** Особенности формирования диффузионного слоя при ионном азотировании в безводородных средах / Физическая инженерия поверхности. 2003. Т. 1, № 2. С. 141–145.
6. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д.** Азотирование стали. – М: Машиностроение, 1976. – 256 с.
7. Солодкин Г.А. Ионное азотирование деталей станков и режущего инструмента. Автореф. дис. канд. техн. наук. – М.: 1979. – 21 с.
8. **Пастух И. М.** Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. Харьков: Харьковский физико-технический институт, 2006. 364 с.
9. Влияние водорода на процесс ионного азотирования аустенитной стали 12X18H10T / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов, Р.С. Есипов, Г.Б. Исяндавлетов. 2017. — С. 24–29.
10. Технология ионного азотирования деталей ГТД в тлеющем разряде с полым катодом / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов. 2008. — С. 82–86.

### ОБ АВТОРАХ

**Юнусов Абдулла Ильдарович**, студ. каф. ТМ.

**Есипов Роман Сергеевич**, д/н, доцент каф. ТМ.

### METADATA

**Title:** Influence of gaseous environment composition on the process of ion nitriding of martensitic steel 15Cr16Co5Ni2MoWVNNb

**Author:** A.I. Yunusov <sup>1</sup>, R.C. Esipov <sup>2</sup>

**Affiliation:**

<sup>1,2</sup> Ufa University of Science and Technology (UUST), Russia.

**Email:** <sup>1</sup> eddie-stevens@mail.ru, <sup>2</sup> esromles@mail.ru

**Language:** Russian.

**Source:** Molodezhnyj Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa University of Science and Technology), no. 1 (30), pp. 114-120, 2024. ISSN 2225-9309 (Print).

**Abstract:** The influence of the gas saturating environment in the vacuum chamber on the process of ion nitriding of corrosion-resistant heat-resistant martensitic steel 15Cr16Co5Ni2MoWVNNb is determined. A review of the dependence of the output parameters (layer thickness, microhardness) on the parameters of the nitriding process is carried out. In this work, optimal values of the content of working gases in the gas saturating environment are proposed.

**Key words:** ion nitriding, glow discharge, diffusion, martensitic steel, microhardness, hydrogen embrittlement.

**About authors:**

**Yunusov Abdulla Ildarovich**, student, Dept. of MECHANICAL ENGINEERING TECHNOLOGY (UUST).

**Esipov Roman Sergeevich**, Assistant professor, Dept. of MECHANICAL ENGINEERING TECHNOLOGY (UUST).