

10. А.Е. Вязовецкова, В.В.Вязовецков, Е.В.Вязовецков. Обоснование выбора деформационных схем разъемных цельнометаллических коммутационных устройств. /Материалы XX юбилейной научно-технической конференции Вакуумная наука и техника. Под ред. д.т.н., профессора Д.В. Быкова. М. МИЭМ, 2013, с.93 - 96.
11. У. Паркер, Дж.Марк. Большой прогреваемый вентиль для сверхвысоковакуумных систем. /Перевод докладов 7 симпозиума по вакуумной технологии, сборник статей Современная вакуумная техника, - М.: Издательство иностранной литературы, 1963г. с.116-120.
12. Д.Б.Зворыкин. Вопросы расчёта и конструирования цельнометаллических высоковакуумных систем и их элементов. Диссертация на соискание учёной степени к. т. н. М., 1955 г.
13. C.L. Foerster and D.McCafferty. Selection and evaluation of ultrahigh vacuum gate valve for ISABELLE beam line vacuum system. J.Vac.Sci.Technol. April 1981, p. 997-1000.
14. Патент на изобретение № 2348851 Российской Федерации «Способ дистанционного управлением клапаном варианты» / В.В. Вязовецков. – Опубликовано 10.03.2009 г., Бюл. №7, 2009г.

Влияние напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока на микротвердость модифицированного слоя стали 40X

***В.М. Шулаев, И.М. Пастух, Г.Н. Соколова, И.Ф. Михайлов, С.В. Суровицкий
НПП «НИТТИН», г.Белгород.***

Исследованы элементный и фазовый состав, структура и микротвердость поверхности образцов стали 40X после азотирования в тлеющем разряде. Безводородное модифицирование производилось вариацией энергетических параметров. Обнаружено, что наибольшее значение микротвердости в модифицируемом поверхностном слое достигается при максимальном энергетическом воздействии (большой плотности разрядного тока и высоком напряжении между электродами разрядной камеры) на поверхность.

Influence of voltage between eletrodes of the discharge chamber and the discharge current density on microhardness of steel 40X modified layer. V.M.Shulayev, I.M.Pastukh, G.N.Socolova, I.F.Mikhailov, S.V.Surovitskiy. The elemental and phase composition, structure and microhardness of steel 40X samples surface after nitriding in glow discharge have been investigated. Hydrogen-free modification has been carried out via variation of energetic parameters. It was found that maximal microhardness within modified surface layer is achieved via maximal energetic influence (high density of the discharge current and high voltage between electrodes of the discharge chamber) on the surface.

1. Введение

Химико-термическая обработка в тлеющем разряде является эффективной технологией модификации поверхности металлов, которая позволяет улучшать свойства их поверхностных слоев (твердость, коррозионную стойкость, износостойкость) путем изменения толщины диффузионной зоны и её фазового состава [1]. Азотирование оценивается как наиболее перспективный и отвечающий большинству современных требований технологический процесс [2]. Однако для его адекватной практической реализации необходимо реализовать концепцию управляемости результатов термообработки в зависимости от требований предстоящей эксплуатации изделия, прошедшего насыщение азотом [3]. Параметры модификации поверхности в тлеющем разряде в настоящее время определяются путем технологических проб [4]. До последнего времени традиционными технологическими параметрами считались – температура насыщения поверхности азотом, давление газовой смеси в разрядной камере, состав газовой смеси и продолжительность процесса азотирования. Но как показывает практика

последних лет, имеются еще неисследованные технологические факторы, влияющие на процесс азотирования [5].

2. Цель и задачи исследования

Целью работы являлось исследование протекания процессов модификации поверхности в условиях безводородного азотирования в тлеющем разряде в зависимости от плотности разрядного тока и напряжения между электродами разрядной камеры. Объектами исследования служили образцы стали 40X.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

- провести безводородное азотирование в тлеющем разряде образцов на промышленной установке модели БАТР-1 при различных давлениях газовой смеси постоянного состава (80 % азота, 20 % аргона) в зависимости от энергетических параметров;
- исследовать элементный состав образцов стали 40X до и после азотирования;
- исследовать фазовый состав, структуру и микротвердость образцов после азотирования;
- установить влияние энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотностью разрядного тока) на увеличение твердости модифицированных слоев.

3. Методики исследований

3.1. Оборудование для безводородного азотирования в тлеющем разряде

Экспериментальные исследования проводились на промышленной установке БАТР-1 (производства ООО «НПП «НИТТИН», г. Белгород, Россия), которая предназначена для азотирования в тлеющем разряде диодного типа на постоянном разрядном токе в безводородной газовой среде. Образцы нагревались внешним автономным нагревательным элементом. Конфигурация оборудования для проведения процесса приведена на рис. 1.

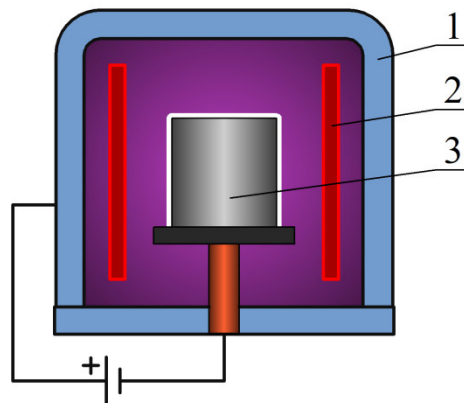


Рис. 1. Конфигурация оборудования для проведения процесса безводородного азотирования в тлеющем разряде: 1 – разрядная камера с холодными стенками (анод); 2 – автономный нагревательный элемент; 3 – стакан с азотируемыми образцами (катод), имитирующий садку.

Контроль температуры проводился с помощью пирометра модели АПИР-С (ООО НПО "Спектр", Россия). Измерительная система пирометра тарировалась в условиях, аналогичных реальному тлеющему разряду.

Основные технические характеристики установки приведены в таблице 1.

Таблица 1. Технические характеристики установки БАТР-1.

Характеристика	Значение
Мощность разряда, кВт	5
Диаметр камеры, мм	450
Рабочая высота камеры, мм	700
Число камер	1
Максимальное напряжение, В	1200
Максимальный ток разряда, А	4
Минимальное давление, Па	1,33
Необходимая площадь, м ²	9

3.2. Анализ элементного состава

Исследования элементного состава выполнены на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре «Спрут» производства АО «Укррентген» с SDD детектором X-123 (Amptek, США). Идентификация марки стали произведена путём определения 8 химических элементов, включая углерод.

3.3. Исследования фазового состава, структуры и микротвердости

Рентгенофазовый анализ производили на дифрактометре ДРОН-3 в фильтрованном излучении железного анода, в диапазоне углов $2\theta=20\div 100^\circ$ с шагом сканирования $0,1^\circ$ и временем экспозиции 10 секунд. Рентгеносъёмки выполнены от плоских торцов цилиндрических образцов, подвергнутых азотированию в глубину модифицированного слоя. Размеры областей когерентного рассеяния в азотосодержащих фазах определены методом аппроксимации. Микротвердость определялась на приборе ПМТ-3 с фиксацией значений микротвердости $HV_{0,1}$ как на поверхности, так и на определенном расстоянии от поверхности вглубь образца.

3.4. Материал и форма образцов

Объектами исследования служили образцы из стали 40X в состоянии поставки с металлургического завода, которая соответствует стандарту по постоянным примесям, которые вводятся в сталь специально по ГОСТ 4543-71. По случайным примесям контроль химического состава стали 40X данным ГОСТом не предусмотрен. Результаты входного анализа химического состава стали 40X, которая подвергалась исследованиям, соответствуют ГОСТ 4543-71. Все элементы, которые обнаружены в стали 40X по результатам анализа, по количеству рассматриваются как постоянные примеси. Легирующими добавками является только хром и углерод. Таким образом, входной контроль химического состава показал, что исследованию подвергались образцы стали 40X, которые полностью соответствуют стандарту на качественную конструкционную сталь.

Форма образцов цилиндрическая, диаметр 5 мм, длина 20 мм. Для создания азотированного слоя плоские торцы образцов подвергались обработке. Образцы были исследованы на предмет поглощения аргона в процессе азотирования в разреженной активизированной газовой смеси, содержащей аргон. Присутствие аргона в поверхностном слое стали 40X выявлено не было. Растворимость аргона в стали 40X отсутствует, а имплантации ионизированного аргона при использованных энергетических параметрах не наблюдалось. Поэтому все результаты, полученные в настоящей работе, связаны с взаимодействием на границе раздела разреженного активизированного азота из газовой смеси азота с аргоном с поверхностью стали 40X.

4. Результаты экспериментов и их обсуждение

Сводка данных по давлению газовой смеси в разрядной камере, энергетическим параметрам (напряжение между электродами разрядной камеры и плотностью тока), интенсивности дифракционных линий от регистрируемых фаз модифицированного слоя, размеров областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей и микротвердости на поверхности приведены в таблице 2.

Таблица 2. Сводные данные по безводородному азотированию стали 40X в тлеющем разряде.

Технические характеристики	Серия режимов	Номер режима								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Давление p , Па (мм рт.ст.)	53 (0,4)			107 (0,8)			160 (1,2)		
2	Напряжение U , В	1100	820	515	840	515	300	700	515	300
3	Плотность разрядного тока j , А/м ²	11	7,2	3,2	13,2	7,2	2,8	15,8	12,8	7,2
4	Интенсивность (111)Fe ₄ N, отн.ед	63	9	-	75	-	-	47	93	-
5	Интенсивность (211)Fe ₂ N, отн.ед	22	5	-	45	-	-	113	12	-
6	Интенсивность (110)Fe, отн.ед	22	11	250	55	310	210	10	45	260
7	L(Fe ₄ N), нм	25,8	25,8	-	31,7	-	-	35,3	45,8	-
8	HV _{0,1} микротвердость на поверхности	796	676	412	647	444	230	842	625	238

Распределение микротвердости по глубине модифицированного поверхностного слоя стали 40X при безводородном азотировании в тлеющем разряде приведено в Таблице 3.

Безводородное азотирование образцов в тлеющем разряде происходило в газовой смеси азот–аргон (80 % азота, 20 % аргона), при температуре 560 °С в течение 4 часов при указанных режимах по давлению газовой смеси, плотности разрядного тока и напряжению между электродами разрядной камеры (таблица 2).

Таблица 3. Микротвердость стали 40X по глубине модифицированного слоя

Толщина слоя Номер режима	Расстояние от поверхности вглубь образца, 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

4.1. Фазовый состав модифицированного слоя

Результаты рентгенофазового анализа плоских торцевых поверхностей, подвергнутых азотированию, представлены в табл. 2. При давлении газовой смеси 0,4 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз Fe₄N и Fe₂N.

При напряжении 1100 В и плотности разрядного тока 11 А/м² формируются диффузионный слой содержащий ξ -, γ' - и α -фазы (табл. 2, Образец № 1). Причем из соотношения интенсивностей дифракционных максимумов следует, что количество γ' -фазы примерно в 3 раза превосходит содержание ξ -фазы. Со снижением величины напряжения (820 В) и плотности разрядного тока (7,2 А/м²) формируется нитридная зона, содержащая ξ -, γ' - и α -фазы (табл. 2, Образец № 2). При малом значении напряжения (515 В) и низкой плотности разрядного тока (3,2 А/м²) нитридная зона не образуется. На дифрактограмме (табл. 2, Образец № 3) присутствуют интерференционные максимумы от α -фазы (N-феррит).

При давлении газовой смеси 0,8 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз. При напряжении 840 В и плотности разрядного тока 13,2 А/м² формируются нитридный слой, содержащий ξ -, γ' - и α -

фазы, но с относительно возросшим количеством ξ -фазы (табл. 2, Образец № 4). Снижение напряжения (515 В и 300 В) и уменьшение плотности разрядного тока (7,2 А и 2,8 А) приводит к исчезновению нитридных фаз (табл. 2, Образцы № 5 и № 6) присутствуют только интерференционные максимумы от α -фазы (N-феррит).

При давлении газовой смеси 1,2 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз. При напряжении 700 В и 515 В с плотностью разрядного тока 15,8 А/м² и 12,8 А/м² соответственно, формируются нитридные зоны, содержащие ξ -, γ' - и α -фазы. Количество ξ -фазы уменьшается со снижением напряжения до 515 В и плотности разрядного тока до 12,8 А/м². Со снижением напряжения до 300 В и уменьшением плотности разрядного тока до 7,2 А/м² нитридная зона не образуется. На дифрактограммах обнаруживается только одна α -фаза (табл. 2, Образец № 9).

Таким образом, исследование фазового состава модифицированных слоев поверхности стали 40X после безводородного азотирования в тлеющем разряде при трех разных давлениях газовой смеси азот-аргон выявило наличие высшего нитрида железа ξ -фазы – Fe₂N с ростом энергетических параметров процесса, а также полное отсутствие ϵ -фазы – Fe₂₋₃N. Основной фазой во всех экспериментах была α -фаза (N-феррит). В этой связи полученные результаты по безводородному азотированию в тлеющем разряде стали 40X полезно сопоставить с данными по азотированию железа в среде аммиака при классическом печном газовом азотировании [6] и ионном (в тлеющем разряде) азотировании на установке ИОН–30 [7].

При насыщении азотом поверхности образцов стали 40X в среде аммиака ниже температуры эвтектоидного распада (590 °С) формирование диффузионной зоны должно подчиняться общему правилу, согласно которому диффузия между двумя компонентами вызывает образование однофазных слоев, соответствующих однофазным областям диаграммы состояния железо–азот, пересекаемый изотермой при температуре насыщения. Последовательность распределения нитридных фаз в азотированном слое от поверхности в глубину образца такая же, что и для однофазных областей на диаграмме состояния [6]. Такая последовательность образования нитридных фаз в диффузионной зоне при азотировании железа (сталей) в аммиаке была многократно подтверждена, в том числе и методом высокотемпературной рентгенографии [6]. В работе [8] данное правило для насыщения поверхности стали в среде аммиака при температурах ниже эвтектоидной практически приравнивается к универсальному, несмотря на то, что образующиеся фазы в азотируемом слое соответствуют метастабильной системе Fe–N. В соответствии с этим правилом в метастабильной системе образуются следующие фазы:

- α -фаза (N-феррит), которая представляет собой азотистый феррит с ОЦК решеткой;
- γ' -фаза, которая соответствует твердому раствору на базе нитрида Fe₄N с ГЦК решеткой;
- ϵ -фаза, твердый раствор на базе нитрида Fe₂₋₃N, основой которой является плотная гексагональная упаковка атомов железа.

Особняком стоит ξ -фаза – Fe₂N – высший нитрид железа. Она имеет ромбическую решетку с упорядоченными атомами азота. Кристаллическую структуру ξ -фазы рассматривают как искаженную модификацию ϵ -фазы (псевдогексагональная). Высший нитрид железа устойчив при азотировании в равновесии с аммиаком при температуре ниже 450 °С. При более высоких температурах в атмосфере аммиака он распадается даже при небольшом содержании водорода. В наших экспериментах данная фаза возникала как продукт распада пересыщенного азотом поверхностного слоя при охлаждении образцов вместе с держателем. ξ -фаза кристаллографически ориентирована по отношению к γ' -фазе.

В случае азотирования в установке ИОН–30 в разреженном аммиаке фазовый состав нитридной зоны может состоять из ϵ - или γ' -фазы [7].

Из сопоставления фазового состава модифицированного слоя, полученного по разным технологиям, следует, что при безводородном азотировании в тлеющем разряде, наряду с группой традиционных режимных технологических параметров, существенную роль в процессах фазообразования в модифицированном слое стали 40X играют энергетические параметры – плотность разрядного тока и напряжение между электродами разрядной камеры.

Причем ниже определенной величины по напряжению между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока нитридная зона не образуется.

4.2. Структура модифицированного слоя

Средний размер (L) областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения для γ' -фазы приведен в табл. 2, строка 7. При всех режимах безводородного азотирования в тлеющем разряде размер областей когерентного рассеяния γ' -фазы изменялся с ростом давления газовой смеси от 28,8 до 45,8 нм. Таким образом насыщение азотом модифицированной поверхности стали 40X не связано с заметным изменением зеренной структуры нитридной γ' -фазы. Для ϵ -фазы средний размер областей когерентного рассеяния не определялся. Основная α -фаза (N-феррит) в процессе насыщения азотом зеренную структуру не изменяла. Изменение размера областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (табл. 2, строка 7) вряд ли могло заметным образом повлиять на микротвердость модифицированной поверхности образцов (табл. 2, строка 8), хотя эти изменения микротвердости весьма изрядны.

4.3. Микротвердость модифицированного слоя

Данные по микротвердости поверхности образцов показаны в табл. 2, строка 8. Наиболее чувствительной характеристикой к насыщению азотом модифицируемой поверхности при вариации энергетических параметров оказалась микротвердость. Она существенно меняется не только на поверхности (табл. 2, строка 8), но и по глубине азотированного слоя (табл. 3). Со снижением давления имеет место увеличение подводимой мощности к модифицируемой поверхности. При давлении 1,2 мм рт.ст. с увеличением напряжения и плотности разрядного тока происходит упрочнение модифицированного поверхностного слоя и микротвердость возрастает от HV 238 до HV 842. При давлении 0,8 мм рт.ст. повышение мощности приводит к росту микротвердости от HV 230 до HV 647. При давлении 0,4 мм рт.ст. повышение мощности приводит к росту микротвердости от HV 412 до HV 796. Такая сильная зависимость изменений микротвердости в азотированном слое от приложенного напряжения к электродам разрядной камеры и увеличения плотности разрядного тока указывает на важную роль этих энергетических параметров.

5. Выводы

1. Проведено безводородное азотирование в тлеющем разряде серии образцов стали 40X в промышленной установке модели БАТР-1 при различных давлениях газовой смеси постоянного состава (80 % азота, 20 % аргона) в зависимости от энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока).

2. Проведен анализ элементного состава образцов стали 40X до и после азотирования. Исходные образцы по элементному составу соответствовали стандарту. После азотирования наличие аргона в образцах не выявлено.

3. Исследован фазовый состав, структура и микротвердость модифицированного слоя. При модифицировании поверхности автономно подогреваемых образцов стали 40X безводородным азотированием в тлеющем разряде путем вариации энергетических параметров, кроме учета группы традиционных режимных технологических параметров (температура образцов, давление газовой смеси в разрядной камере, состав газовой смеси, продолжительность процесса азотирования) необходимо учитывать и энергетические параметры (плотность разрядного тока и напряжение между электродами разрядной камеры).

4. Установлено влияние энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотностью разрядного тока) на увеличение твердости модифицированных слоев. Максимальная микротвердость поверхности достигается при наибольшем энергетическом воздействии на модифицируемую поверхность. Экспериментально обнаружено наличие граничного значения напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока (удельная мощность), ниже которой нитридная зона на поверхности азотируемого образца не образуется.

Литература

1. Mittemeijer E.J. Thermochemical Surface Engineering of Steels. / E.J. Mittemeijer, A.J.-M. Somers. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 62, 2015. – 792 p.

2. Pye D. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing / D. Pye. ASM International, 2003. – 256 p.
3. Active screen plasma nitriding: H.–J. Spies, H. Biermann, I. Burlacov, K. Börner. // Adv. mat. & proc. – 2013. – Vol. 66. – P. 66–68.
4. Yagita K. Plasma nitriding treatment of high alloy steel for bearing components [Text]: K. Yagita, C. Ohki. NTN Technical review. 78. (2010), 33–40.
5. Li G. Effect of DC plasma nitriding temperature on microstructure and dry-sliding wear properties of 316L stainless steel / Li, G., Peng, Q., Li C., Wang Y., Gao, J., Chen, S., Wang, J., Shen, B. // Surface & Coatings Technology. – 2008. – 202. – P. 2749–2754.
6. Лахтин Ю.М. Азотирование стали / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган. – М.: Машиностроение, 1976. – 256 с.
7. Герасимов С.А., Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов / С.А. Герасимов, Л.И. Куксенова, В.Г. Лаптева. – 2-е изд., испр. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. – 518 с.: ил.
8. Лахтин Ю.М. Диффузионные основы процесса азотирования / Ю.М. Лахтин // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1995. – № 7. – С. 14–17.

Порядок калибровки, поверки течеискателей и аттестации специалистов неразрушающего контроля

М.Л. Виноградов, Д.К. Кострин
Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», ул. Профессора Попова, 5
E-mail: mlyinogradov@etu.ru

Публикация направлена на разъяснение вопросов метрологии приборов для контроля герметичности, применяемых на территории Российской Федерации. Рассмотрены две группы процедур, выполняемых в целях установления возможности применения оборудования предназначенного для поиска течей для численной оценки степени негерметичности: поверка и калибровка. Отдельно представлен порядок калибровки стационарных установок контроля герметичности, установленных на конвейерном производстве, и вопросы аттестации персонала в области неразрушающего контроля.

Calibration and verification of leak detectors and staff certification in non-destructive testing. M.L. Vinogradov, D.K. Kostrin. The publication is aimed at clarifying the issues of metrology equipment for leakage control used in the Russian Federation. There are two groups of procedures that are performed in order to establish the possibility of using leak detectors for the quantitative measurement – government verification and calibration. Calibration of stationary leak detections systems mounted on the assembly line and staff certification in the field of non-destructive testing are also presented.

Поверка течеискателей. Поверка прибора – это совокупность операций, выполняемых с целью подтверждения соответствия средства измерений метрологическим требованиям. Согласно Федеральному закону №102 «Об обеспечении единства измерений», средства измерений, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежат поверке. Таким образом, если предприятие работает в сферах деятельности, попадающих под государственное регулирование, течеискатель на производстве должен быть поверен. Из типичных сфер производства, где применяются приборы контроля герметичности, в область государственного регулирования попадают: атомная энергетика, здравоохранение и оборонные предприятия. Полный список приведен в п.3 ст.1 ФЗ №102 [1].