

АЗОТИРОВАНИЕ СТАЛИ В ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА С АКТИВНЫМ ЭКРАНОМ

ACTIVE SCREEN PLASMA NITRIDING STEEL

В.О. Оскирко^{1,2} (ORCID: 0000-0001-5167-0133) / oskirkovo@gmail.com

И.М. Гончаренко¹ (ORCID: 0000-0002-0270-1156) / ugor2012@sibmail.com

А.П. Павлов² (ORCID: 0000-0002-4018-7098) / APELTom@yandex.ru

В.А. Семенов¹ (ORCID: 000-0001-5089-7096) / semenofvjacheslav@gmail.com

V.O. Oskirko (ORCID: 0000-0001-5167-0133)

I.M. Goncharenko (ORCID: 0000-0002-0270-1156)

A.P. Pavlov (ORCID 0000-0002-4018-7098)

V.A. Semenov (ORCID: 000-0001-5089-7096)

¹Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН, г. Томск

²ООО «Прикладная электроника», г. Томск

В работе представлены результаты экспериментов по азотированию стали 40X в плазме тлеющего разряда с активным экраном без использования водорода. Проведено сравнение двух режимов азотирования, в которых образец находился либо под катодным, либо под плавающим потенциалом. Азотирование осуществлялось при рабочей температуре 550°C в течение 3 часов. На поверхности образцов, обработанных под плавающим потенциалом, сформировался равномерный диффузионный слой толщиной 150 мкм. На поверхности образцов, находившихся под катодным потенциалом, диффузионный слой сформировался только на краях.

The paper presents the results of experiments on nitriding of 5140 steel in a glow discharge plasma with an active screen without using hydrogen. Two nitriding regimes were compared in which the sample was either under the cathode or under the floating potential. The nitriding was carried out at an operating temperature of 550 °C for 3 hours. A uniform diffusion layer 150 μm thick was formed on the surface of samples treated under a floating potential. On the surface of samples under the cathode potential, a diffusion layer was formed only at the edges.

Ключевые слова: безводородное азотирование, плазма, активный экран, сталь 40X.

Keywords: *plasma nitriding, active screen, steel AISI5140, hydrogen free nitriding.*

ВВЕДЕНИЕ

Ионное азотирование в плазме тлеющего разряда является достаточно известным методом и распространенной химико-термической технологией обработки стальных деталей с целью повышения характеристик их поверхности, таких как твердость, износостойкость и коррозионная стойкость. Обычно в процессе ионного азотирования потенциал, обеспечивающий горение тлеющего разряда, подается непосредственно на деталь. Она выступает в качестве катода в разрядной системе и подвергается интенсивной ионной бомбардировке. Такая конфигурация имеет ряд существенных ограничений. Краевые эффекты и эффекты полого катода приводят к неравномерному нагреву и распределению толщины диффузионного слоя [1, 2]. Распыление поверхности в результате интенсивной ионной бомбардировки и неминуемое образование электрических дуг в холодной межэлектродной системе на стадии нагрева от комнатной температуры до ~ 200°C приводит к ухудшению качества исходной морфологии поверхности. Для решения данных проблем применяются методы обработки, которые позволяют избежать прямого

образования плазмы на поверхности изделия. Одним из таких методов является плазменное азотирование с активным экраном (Active screen plasma nitriding - ASPN) [3,4]. В системах ASPN катодный потенциал прикладывается к специальному металлическому экрану, внутри которого располагается обрабатываемая деталь. Сама деталь находится под плавающим потенциалом или небольшим смещением. В такой конфигурации энергетические частицы из плазмы бомбардируют поверхность металлического экрана, нагревая его. Деталь нагревается в результате излучения экрана. Поверхность детали контактирует с плазмой, в которой содержится большое количество активированных частиц газа, интенсифицирующих процесс диффузионного насыщения. Примеры использования систем подобного типа представлены в работах [5,6,7,8]. В нашей предыдущей работе [9] было показано, что азотирование стали может осуществляться в плазме тлеющего разряда без применения водорода в широком диапазоне рабочих давлений. В данной работе представлены результаты экспериментов по азотированию стали марки 40X без водорода в ASPN системе. Сравнивается два режима, в которых обрабатываемые детали находились под разным потенциалом внутри активного экрана: катодный потенциал (КП) и плавающий потенциал (ПП).

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 представлена блок-схема экспериментальной установки, на которой проводили эксперименты по азотированию в плазме тлеющего разряда с активным экраном. В центральной части камеры на изоляторах было закреплено металлическое основание. К основанию от источника питания (ИП) APEL-N-20PDC-1000 подавали отрицательный потенциал напряжения, обеспечивающего поддержание тлеющего разряда. На металлическом основании был установлен цилиндр из нержавеющей стали (диаметр 300 мм, высота 300 мм) с толщиной стенок ~1 мм, выполняющий функцию активного экрана. Помимо цилиндра на основании располагался стол. Стол лежал на изоляторе, который отделял его от основания. В режиме КП (см. рис. 1.а) с помощью провода стол соединяли с металлическим основанием. В режиме ПП (см. рис. 1.б) стол изолирован от основания. В таблице 1 представлены основные параметры процессов в режимах КП и ПП.

Таблица 1.

Режимы плазменного азотирования в системе ASPN

Параметр	Режим КП	Режим ПП
Давление	80 Па	
Разрядное напряжение	700В	830В
Разрядный ток	12,8 А	15,7 А
Мощность разряда	9 кВт	13 кВт
Температура детали	550°C	
Время нагрева	30 мин	60 мин
Время изотермической выдержки	150 мин	120 мин
Общее время обработки (с учётом стадии нагрева)	180мин	
Потенциал детали	катодный	плавающий

Образцы изготовлены из конструкционной стали 40X (5140 по международной классификации ANSI/SAE, США) в виде шайб диаметром ~ 30 мм и высотой ~ 10 мм. Для формирования однородной структуры по всему сечению образцы были предварительно закалены на мартенсит и отпущены при T=600°C до твердости 320-340 кг/мм² (32-34 HRC). Поверхность исследуемых объектов прошла механическую обработку (шлифование и полирование). Образцы и датчик температуры были расположены в центре стола.

Перед проведением эксперимента с помощью форвакуумного насоса в вакуумной камере без разряда обеспечивали остаточное давление ~10 Па, после чего объем камеры

наполняли чистым сухим азотом (N₂, ГОСТ 9293-74, 99,998%) до давления ~10³ Па. Такую процедуру проводили дважды, с целью «промывки» межэлектродного пространства от паразитных газов. Инициирование тлеющего разряда осуществляли при значении давления азота, равном 50 Па. Давление газа в процессе эксперимента стабилизировали на уровне 80 Па. Процесс азотирования состоял из 2-х основных этапов. Во время первого этапа осуществлялся нагрев от комнатной температуры до температуры 550°C. На втором этапе обеспечивалась изотермическая выдержка при 550°C.

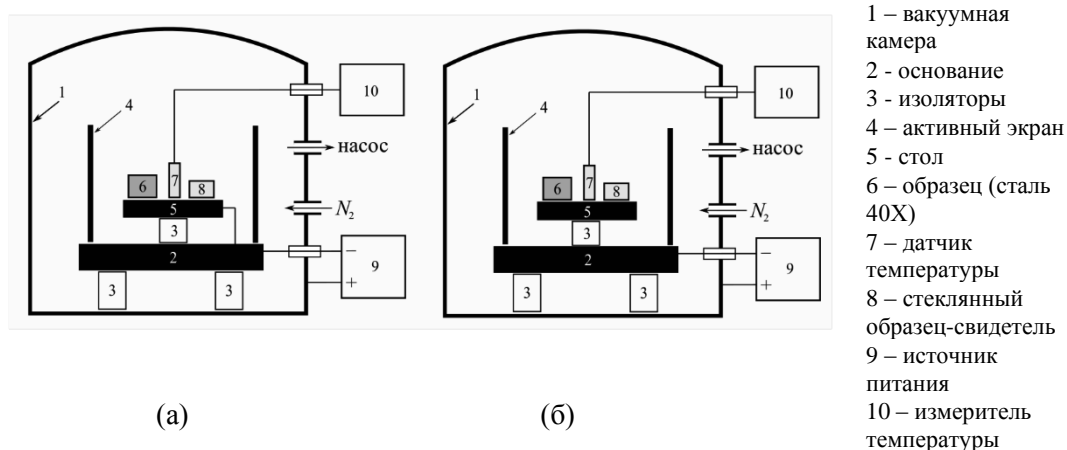


Рис. 1. Схемы ASPN системы в режиме КП (а) и режиме ПП (б).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

После обработки деталей в тлеющем разряде было проведено сравнение морфологии обработанных поверхностей и их твердости. Изображения полученных образцов представлены на рис. 2.

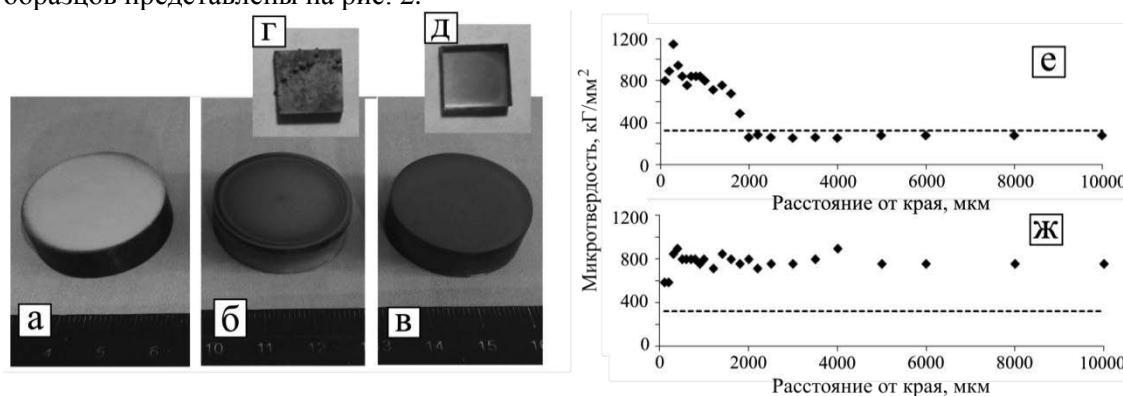


Рис. 2. Внешний вид образцов: до обработки (а), обработанных в режиме КП (б), в режиме ПП (в); внешний вид стеклянных образцов-свидетелей, полученных в режиме КП (г) и в режиме ПП (д); распределение микротвердости на поверхности от края образца к центру в режиме КП (е) и в режиме ПП (ж).

На поверхности образца, подвергнутого азотированию в режиме КП, невооруженным глазом наблюдается кольцо темного цвета около кромки. Измерения микротвердости показали её неравномерное распределение на удалении от края к центру (см. рис.2.е). На краю образца твердость составляет 800-1000 кГ/мм². На расстоянии более 1500 мкм от края твердость резко снижается и достигает величины менее 300 кГ/мм², сохраняя это значение до самого центра на протяжении ~12 мм. На образце, обработанном в режиме ПП, колец не наблюдается. Поверхность в центре и на краю образца имеет одинаковый серый цвет. Твердость на краю образца составляет ~600 кГ/мм². На расстоянии

~300 мкм от края твердость возрастает до 750-850 кг/мм². Данная величина сохраняется на всей поверхности до центра образца.

В работе [10] указывается, что принципиальное значение в ASPN имеет процесс переноса материала с активного экрана на обрабатываемую поверхность в результате ионного распыления. Для проверки этой гипотезы, на столе были размещены стеклянные образцы-свидетели, которые позволили сравнить скорость осаждения материала в области расположения образцов. На рис. 2.г,д представлены фотографии образцов-свидетелей. Как показывает визуальное наблюдение, потенциал стола оказывает сильное влияние на скорость формирования покрытия. Образец, полученный в режиме ПП (рис. 2.г), потемнел, но при этом остался прозрачным. Следовательно, в этих условиях лишь небольшая часть распыленного материала попадает на обрабатываемую поверхность, и данный механизм азотирования нельзя считать основным. Как показано на рис. 2.г, на образце, находящемся под катодным потенциалом сформировалось гораздо более толстое покрытие. Большое количество материала, осажденного на образце, можно объяснить интенсивным распылением и последующим осаждением материала стола. Поскольку увеличение твердости на поверхности образцов наблюдается в обоих случаях, можно сделать вывод, что перенос материала активного экрана не играет существенной роли.

На рис. 3 показано распределение твердости по глубине образцов, обработанных под катодным и плавающим потенциалом. Измерения микротвердости поперечного шлифа производились на расстоянии ~1000 мкм от края образца. В обоих случаях на этом расстоянии от края наблюдалась высокая поверхностная твердость (~800 кг/мм²), что указывает на формирование модифицированного слоя. По мере увеличения расстояния от поверхности твердость снижается, и достигает исходного значения на глубине 150 мкм. Основное отличие заключается в более высокой твердости образца, обработанного в режиме ПП, на глубине 25-75 мкм.

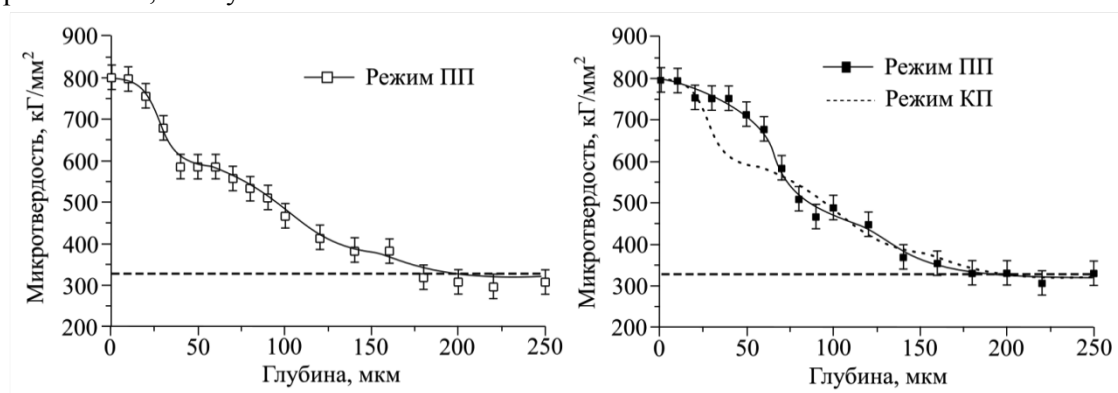


Рис. 3. Распределение микротвердости по глубине образцов, азотированных под катодным (КП, слева) и плавающим (ПП, справа) потенциалами.

Результаты измерения микротвердости поперечного шлифа показали, что протяженный диффузионный слой может формироваться в системе с активным экраном, как при катодном, так и при плавающем потенциале. Несмотря на более высокую скорость нагрева и длительность изотермической выдержки в первом случае, диффузионные слои имеют практически одинаковую ширину. При исследовании микроструктуры на поперечных шлифах в этих областях образцов с помощью оптического микроскопа после травления в 4%-й азотной кислоте была выявлена протяженность нитридной фазы (белого слоя). Для образца, обработанного в режиме КП, толщина нитридного слоя составила ~2,5-3,5 мкм, что заметно ниже, чем для образца, азотированного при условиях ПП, у которого протяженность белого, не травящегося электролитом, слоя наблюдается на глубине от 6,5 до 8,5 мкм.

ВЫВОДЫ

Результаты экспериментов по азотированию стали марки 40Х в плазме тлеющего разряда с активным экраном без применения водорода показали, что потенциал детали оказывает сильное влияние на равномерность обработки поверхностей деталей. Образцы, обработанные под катодным потенциалом, приобрели высокую поверхностную твердость только на краях, тогда как твердость большей части поверхности не изменилась. На поверхности образцов, обработанных под плавающим потенциалом, твердость возросла на всем протяжении от края до центра. Результаты измерения микротвердости поперечного шлифа показали, что глубина диффузионного слоя достигает 150 мкм. Это позволяет сделать вывод о том, что диффузионное насыщение поверхности азотом может осуществляться без высокоэнергетической ионной бомбардировки. Перенос материала экрана на образец также нельзя считать основным механизмом азотирования в данных условиях, поскольку наблюдается слишком низкая скорость напыления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Z. Soltani Asadi, F. Mahboubi, Effect of components geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340 steel, *Mater Des* 34 (2012) 516–521.
2. A. Yazdani, M. Soltanieh, H. Aghajani, S. Rastegari A new method for deposition of nano sized titanium nitride on steels, *Vacuum* 86 (2011) 131–139.
3. J. Georges, D. Cleugh, Active screen plasma nitriding, in ‘Stainless steel 2000 – thermochemical surface engineering of stainless steel’, (ed. T. Bell and K. Akamatsu), 377–387; 2001, London, The Institute of Materials.
4. J. Georges, TC plasma nitriding, *Heat Treat. Met.*, 28 (2001) 33–37.
5. K. Ribeiro, R. de Sousa, F. de Araujo, R de Brito, J. Barbosa, J. Alves, Industrial application of AISI 4340 steels treated in cathodic cage plasma nitriding technique, *Mater. Sci. Eng.* 479 (2008) 142–147.
6. B. Kurelo, G. de Souza, S. Rutz da Silva, Jr. Alves, R. D. Torres, F. Serbena, Tribomechanical features of nitride coatings and diffusion layers produced by cathodic cage technique on martensitic and supermartensitic stainless steels. *Surf Coat Technol* 275 (2015) 41–50
7. K. Lin, X. Li, Y. Su, X. Luo, H. Dong, Active screen plasma nitriding of 316 stainless steel for the application of bipolar plates in proton exchange membrane fuel cells. *Int J Hydrog Energy*, 39 (2014) 21470–21479
8. R. Griin, H. Giinther, Plasma nitriding in industry-problems, new solutions and limits, *Mater Sci Eng*, A140 (1991) 435–441.
9. V. Oskirko, I. Goncharenko, A. Pavlov, A. Zakharov, V. Semenov, Influence of nitrogen pressure and electrical parameters of a glow discharge on the process of ion plasma nitriding of steel, *Journal of Physics: Conference Series* 1393 (2019) 012111.
10. S. Gallo, H. Dong, On the fundamental mechanisms of active screen 84 (2) (2009) 321-325.