

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«УФИМСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ НАУКИ И ТЕХНОЛОГИЙ»



*на правах рукописи*

ХУСАИНОВ Юлдаш Гамирович

РАЗРАБОТКА И НАУЧНОЕ ОБОСНОВАНИЕ  
НОВЫХ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ  
ФОРМИРОВАНИЯ УПРОЧНЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ  
ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ СТАЛЕЙ

Специальность 2.6.1. Металловедение и термическая обработка  
металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант:  
доктор технических наук, доцент  
Камиль Нуруллаевич Рамазанов

Уфа – 2023

ОГЛАВЛЕНИЕ	стр.
ВВЕДЕНИЕ.....	7
1. АНАЛИЗ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СТАЛЕЙ ПРИ ЛОКАЛЬНОМ УПРОЧНЕНИИ .....	19
1.1 Анализ методов локального структурно-фазового модифицирования поверхностного слоя конструкционных материалов .....	19
1.2 Анализ методов интенсификации процесса ионного азотирования.....	34
1.3 Особенности управления диффузионным насыщением при ионном азотировании сталей .....	43
1.3.1. Влияние структурно-фазового состава материала на протекание диффузионных процессов при ионном азотировании.....	44
1.3.2. Влияние легирующих элементов материала на протекание диффузионных процессов при ионном азотировании.....	50
1.3.3. Влияние технологических параметров ионного азотирования на протекание диффузионных процессов в сталях .....	55
1.4 Особенности моделирования диффузионных процессов в конструкционных материалах .....	61
2. ОБЪЕКТ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	76
2.1 Научная гипотеза, объект исследований и исследуемые материалы .....	76
2.2 Описание модернизированной установки ЭЛУ-5 для локального ионного азотирования сталей.....	79
2.3 Методы структурных исследований .....	81
2.3.1. Метод оптической металлографии .....	81
2.3.2. Метод рентгеноструктурного анализа .....	82
2.4 Метод определения микротвердости и методика оценки хрупкости диффузионного слоя.....	84
2.5 Зондовый метод диагностики плазмы тлеющего разряда.....	87
2.6 Методика трибологических испытаний.....	88
3. МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЛОКАЛЬНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ В ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ПОВЫШЕННОЙ ПЛОТНОСТИ.....	92

3.2 Компьютерное моделирование процесса ионного азотирования в тлеющем разряде с повышенной плотностью.....	93
3.2.1. Компьютерное моделирование и зондовые измерения плазмы тлеющего разряда с повышенной плотностью при ионном азотировании .....	93
3.2.2. Компьютерное моделирование тепловых процессов при локальном ионном азотировании в плазме тлеющего разряда с повышенной плотностью.....	105
3.2.3. Компьютерное моделирование диффузионных процессов при ионном азотировании в тлеющем разряде с повышенной плотностью .....	113
3.3 Математическое моделирование процесса нагрева детали при ионном азотировании методом регрессионного анализа.....	119
3.4 Разработка программного обеспечения для расчета параметров диффузионного слоя при ионном азотировании .....	128
4. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ 13X11N2B2MФ-Ш И 12X18N10Т С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕМ СТРУКТУРЫ ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ.....	139
4.1 Разработка новых технических подходов к локальному низкотемпературному ионному азотированию конструкционных материалов с предварительным деформационным измельчением структуры.....	139
4.2 Исследование структуры конструкционных сталей марок 13X11N2B2MФ-Ш и 12X18N10Т после интенсивной пластической деформации и последующего локального ионного азотирования .....	142
4.3 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на микротвердость конструкционных сталей марок 12X18N10Т и 13X11N2B2MФ-Ш после интенсивной пластической деформации кручением .....	152
4.4 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на фазовый состав поверхности конструкционных сталей марок 12X18N10Т и 13X11N2B2MФ-Ш после интенсивной пластической деформации кручением.....	157
4.5 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на износостойкость поверхности конструкционных сталей	

марок 12Х18Н10Т и 13Х11Н2В2МФ-Ш после интенсивной пластической деформации кручением.....	160
4.6 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на структурно-фазовый состав, механические и эксплуатационные свойства поверхностного слоя конструкционной стали марки 12Х18Н10Т после наноструктурирующей фрикционной обработки	169
5. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ МАРОК 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ПОЛЫМ КАТОДОМ.....	182
5.1 Разработка новых технических подходов для реализации технологии локального ионного азотирования с полым катодом.....	182
5.2 Исследование влияния локального ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом на структуру поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА.....	184
5.3 Исследование влияния локального ионного азотирования полым катодом на фазовый состав поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА.....	192
5.4 Исследование влияния локального ионного азотирования с полым катодом на микротвердость поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА.....	197
5.5 Исследование влияния локального ионного азотирования с полым катодом на износостойкость поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА.....	204
6. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ СТАЛИ МАРКИ Р6М5 ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ.....	215
6.1 Исследование особенностей структурного состояния стали марки Р6М5 после интенсивной пластической деформации и последующей термической обработки.....	216
6.2 Разработка новых технических подходов к локальному ионному азотированию в магнитном поле.....	222
6.3 Исследование структуры стали марки Р6М5 после локального ионного азотирования с магнитным полем.....	224



6.4 Исследование характера распределения микротвердости по глубине упроченного слоя при локальном ионном азотировании с магнитным полем стали марки Р6М5.....	228
6.5 Исследование состава упроченного слоя стали марки Р6М5 после локального ионного азотирования с магнитным полем стали Р6М5 .....	231
6.6 Исследование методом склерометрии свойств поверхности инструментальной стали марки Р6М5 после ионного азотирования с магнитным полем .....	235
7. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО РАЗРАБОТКЕ НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ЛОКАЛЬНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ .....	241
7.1 Особенности влияния газовой среды на формирование диффузионной зоны при ионном азотировании .....	241
7.2 Исследование влияния температуры процесса ионного азотирования на кинетику роста диффузионного слоя сталей.....	255
7.3 Особенности подготовки заготовок перед операцией локального ионного азотирования.....	262
7.4 Разработанные новые технологические процессы локального ионного азотирования.....	265
Заключение .....	278
Список литературы.....	281
Приложения.....	306

## СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ

ВАХ – вольт-амперная характеристика

ИА – ионное азотирование

ИПД – интенсивная пластическая деформация

ИПДК – интенсивная пластическая деформация кручением

ИП – источник питания

КЗ – крупнозернистая (структура)

ЛИА – локальное ионное азотирование

МКЭ – метод конечных элементов

МП – магнитное поле

НК – нанокристаллическая (структура)

ПК – полый катод

ПФЭ – полный факторный эксперимент

ТЛ – тлеющий разряд

ТП – технологический процесс

ТО – термическая обработка

ТР – тлеющий разряд

УЗО – ультразвуковая обработка

УМЗ – ультрамелкозернистая (структура)

ХТО – химико-термическая обработка

ЭПК – эффект полого катода

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность работы.**

Известно, что машиностроение является ключевой отраслью страны, определяющей прогресс и эффективность развития ее экономики. Для современного этапа научно-технического развития машиностроения характерно стремление к экономичности, экологичности, качеству, надежности и долговечности изделий. Все перечисленные аспекты возможно обеспечить за счет совершенствования конструкций изделий, внедрения новых материалов и технологий их упрочнения, а также снижения металлоемкости.

Анализ литературных источников показал, что современные возросшие требования к условиям эксплуатации, а также сложность конструкции проектируемых деталей машин и механизмов создают необходимость внесения изменений в традиционные методы упрочнения поверхности изделий машиностроения. Одним из самых распространённых методов упрочнения конструкционных материалов является термическая обработка, однако не всегда данный метод может обеспечить требуемые повышенные физико-механические и эксплуатационные свойства поверхности деталей.

В связи с этим наиболее эффективным методом получения поверхностных упрочненных структур является химико-термическая обработка, позволяющая повысить надежность и долговечность промышленных изделий. Следует отметить, что в легковом автомобилестроении методам химико-термической обработки подвергаются до 80% всех термически упрочняемых деталей узлов и механизмов. Существенными преимуществами химико-термической обработки перед другими методами поверхностного упрочнения являются высокая прочность адгезионных связей диффундирующего элемента с подложкой и градиентное изменение свойств от упрочненной поверхности к сердцевине материала.

Среди всех методов химико-термической обработки выгодно отличается ионное азотирование (ИА), поскольку данный процесс является экологически безопасным, легкоуправляемым и в большинстве случаев не требует после

азотирования финишной шлифовальной операции. А в условиях снижения металлоемкости у данного метода имеется потенциал снижения температуры процесса при обработке сложнопрофильных деталей склонных к короблению.

Также необходимо отметить, что при эксплуатации изделий машиностроения интенсивному износу, большим контактным и циклическим нагрузкам подвергаются только отдельные функциональные поверхности деталей, такие как шейки валов, поверхности шкивов, профили зубчатых колес и др. Это приводит к образованию питтингов и микроскопических трещин на поверхности деталей, ведущих к преждевременному выходу из строя всего изделия в целом. В этих случаях более целесообразно применять локальную упрочняющую обработку с возможностью формирования на поверхности градиентной структуры с гибким изменением физико-механических свойств материала на различных участках детали с учетом их функциональных назначений.

Для реализации технологии локального ионного азотирования (ЛИА) в рамках диссертационной работы предложено два подхода, основанных на интенсификации процесса диффузионного насыщения. Первый подход основан на создании области плазмы тлеющего разряда (ТР) с высокой плотностью с применением полого катода (ПК) или магнитного поля (МП) на участках деталей, подверженных износу. Второй подход основан на деформационном измельчении структуры материала на локальных участках деталей с последующим упрочнением в плазме ТР. Предложенные подходы позволят ускорить процесс ИА в 2-3 раза; обрабатывать прецизионные, сложнопрофильные и длинномерные детали без коробления; формировать на поверхности детали диффузионные слои с различными свойствами и характеристиками в зависимости от условий работы и функциональных назначений поверхностей деталей.

### **Степень разработанности темы**

Несмотря на широкое применение и большие преимущества азотирования, данный процесс не позволяет формировать на поверхности материала градиентную структуру с гибким изменением физико-

механических свойств материала на отдельных участках детали и по-прежнему является длительным и низкоэффективным.

В исследованиях Переваловой О.Б., Панина А.В., Синяковой Е.А., Приходько В.М. и др. интенсификация диффузионных процессов при азотировании достигается за счет предварительной ультразвуковой обработки вследствие измельчения структуры материала, увеличения плотности дефектов и ускорения адсорбционных процессов.

В работах Петровой Л.Г., Шестопалова Л.П., Александрова В.А., Бойназарова У.Р., Александрова А.С. и др. проводились исследования процесса оксиазотирования в среде аммиака и кислорода конструкционных и инструментальных сталей, позволяющего увеличить скорость насыщения до двух раз.

Учеными Белашовой И.С., Бибиковым П.С., Прокофьевым М.В., Петровой Л.Г. и др. было установлено, что при трехстадийном газотермоциклическом азотировании интенсификация процесса азотирования происходит за счет увеличения содержания атомарного азота в атмосфере и повышения его термодинамической активности в материале.

Исследователи Куксенова Л.И., Герасимов С.А., Щербаков С.П., Алексеева М.С., Гресс М.А. и др. для интенсификации процесса азотирования применяли метод газобарического азотирования при высоких давлениях азотной атмосферы, позволяющий значительно повысить эффективность процесса.

Несмотря на высокие результаты в вопросе повышения эффективности процесса азотирования вышеизложенных авторов, перечисленные методы не позволяют проводить локальную обработку с формированием на поверхности детали диффузионных слоев с различными свойствами и характеристиками за одну технологическую садку.

В настоящее время ведущей российской научной школой в области ионно-плазменных технологий ИСЭ СО РАН под руководством Ковалева Н.Н. ведутся исследования по разработке способов создания плазмы ТР высокой

плотности с применением различных источников генерации ионов. Однако направленность потока ионов и возможное затенение обрабатываемых сложнопрофильных поверхностей деталей являются основными недостатками таких систем, что требует проектирования дополнительных планетарных механизмов со сложной кинематикой.

В работах томских и уфимских исследователей Крейнделя Ю.Е., Лемешева Н.М., Слосмана А.И., Ахмадеева Ю.Х, Будилова В.В., Рамазанова К.Н., Агзамова Р.Д. и др. проблема повышения эффективности ИА сталей и титановых сплавов в плазме ТР низкого давления решалась путем применения ПК. В исследованиях Вафина Р.К. и др. обоснована эффективность применения МП при ИА инструментальных сталей, позволяющая сократить длительность обработки до 2-3 раз. Эффективность процесса в приведенных исследованиях достигается за счет образования сильно ионизированной области плазмы и высокого содержания азота на поверхности материала.

Работы вышеизложенных авторов способствовали формированию фундаментальных основ ИА в плазме ТР повышенной плотности. Однако в работах не рассматривалась возможность локальной обработки деталей, несмотря на высокий потенциал и перспективы представленных методов и способов, что требует дополнительных исследований. Поэтому данная диссертационная работа посвящена исследованию фундаментальных и прикладных аспектов технологии ЛИА, а именно решению актуальной проблемы локальной обработки поверхности конструкционных и инструментальных сталей путем создания плазмы ТР повышенной плотности или деформационного измельчения структуры на отдельных участках материала, подверженных интенсивному износу.

**Целью работы** является разработка и научное обоснование новых технических решений локального ионного азотирования, позволяющих в зависимости от условий эксплуатации и функциональных назначений отдельных поверхностей деталей машин и механизмов формировать за одну

технологическую садку диффузионные упрочненные слои с различными свойствами.

### **Основные задачи диссертационного исследования:**

1. Провести анализ существующих и разработать новые технические решения формирования упрочненных поверхностных слоев на локальных участках стальных деталей при ионном азотировании.

2. Разработать численную и аналитическую модели, учитывающие тепловые и диффузионные процессы, а также процессы, проходящие на границе газ-металл при локальном ионном азотировании сталей.

3. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали мартенситного и аустенитного классов на примере марок 13X11N2B2MФ-Ш и 12X18N10Т с предварительным деформационным измельчением структуры при локальном ионном азотировании.

4. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали мартенситного и перлитного классов на примере марок 16X3NBФМБ-Ш и 38ХМЮА при локальном ионном азотировании с полым катодом.

5. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали ледебуритного класса марки Р6М5 при локальном ионном азотировании в магнитном поле.

6. Разработать новую технологию локального ионного азотирования деталей машиностроения из стали мартенситного, перлитного, аустенитного и ледебуритного классов, работающих в условиях интенсивного местного изнашивания, провести практическое апробирование и внедрить результаты диссертационного исследования в практику производства.

### **Научная новизна.**

1. Разработаны и теоретически обоснованы новые технические решения локального ионного азотирования с полым катодом, в магнитном поле, а также

с предварительным деформационным измельчением структуры на отдельных участках материала, подверженных износу. Предложенные решения позволяют получить на поверхности материала участки с диффузионными слоями, отличающимися как по толщине, так и по структурно-фазовому составу, механическим свойствам и эксплуатационным характеристикам.

2. Впервые предложена аналитическая модель, позволяющая определить приемлемый состав рабочего газа при локальном ионном азотировании исходя из требуемой температуры поверхности подложки. Установлено, что температура нагрева обрабатываемой детали помимо регулируемых технологических параметров процесса также зависит от состава многокомпонентной газовой среды  $N_2$ -Ar- $H_2$ . Выявлены зависимости скорости диффузионного насыщения и дефектности упрочненного слоя в обрабатываемой детали от содержания водорода в составе рабочего газа при ионном азотировании в диапазоне 10-30%. Многокомпонентная газовая среда с содержанием водорода более 15% способствует образованию в диффузионной зоне микротрещин по границам зерен.

3. Установлено, что предварительное деформационное измельчение структуры сталей мартенситного и аустенитного классов марок 13X11H2B2MФ-III и 12X18H10T на отдельных участках поверхности позволяет получить после локального ионного азотирования в температурном диапазоне 450-550 °С диффузионные слои с различными толщинами и свойствами вследствие различия скоростей диффузионного насыщения. На модельных образцах, прошедших предварительную интенсивную пластическую деформацию кручением, установлено, что для стали марки 12X18H10T максимальный прирост поверхностной микротвердости, а также сохранение твердости основы материала достигается при ионном азотировании при 450 °С, а для стали марки 13X11H2B2MФ-III – при 500 °С, что объясняется выделением дисперсных частиц карбидов при нагреве.

4. Установлено, что при локальном ионном азотировании с полым катодом в полости технологического экрана концентрация ионов рабочего газа



увеличивается с  $2 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$  до  $3,5 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$  в результате колебаний электронов, приводящих к увеличению актов ионизации и к увеличению скорости диффузионного насыщения на отдельных участках деталей из конструкционных сталей мартенситного и перлитного классов марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА. При этом на локальных участках материала толщина диффузионного слоя в 2-2,5 ра-за больше по сравнению с участками азотированными без полого катода, а износостойкость – в  $\sim 1,6$  и  $\sim 1,7$  раза для стали марок 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш, соответственно, в результате формирования на поверхности многофазной структуры, состоящей из  $\epsilon$ -фазы  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N})$ ,  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ ,  $\gamma'$ -фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$ , а также фаз  $(\text{CrN}, \text{Cr}(\text{N}, \text{C}))$ .

5. Установлено, что наложение магнитного поля при локальном ионном азотировании позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения вследствие дополнительной ионизации рабочей газовой среды и создания повышенного градиента концентрации диффундирующего элемента на отдельных участках деталей из стали ледебуритного класса марки Р6М5, прошедшей комплексную обработку, включающую интенсивную пластическую деформацию кручением с последующей закалкой с  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  и высоким отпускком при  $560 \text{ }^\circ\text{C}$ . При этом на локальных участках формируется упрочненный слой толщиной в 2-2,5 раза больше по сравнению с участками, находящимися вне зоны влияния магнитного поля, что обеспечивает достижение поверхностной твердости  $\sim 1210 \text{ HV}_{0,1}$ , вследствие наличия высокоазотистых нитридов Fe и нитридов легирующего элемента Cr, повышающих сопротивление абразивному износу материала.

#### **Теоретическая значимость работы.**

Результаты моделирования, а также совокупность экспериментальных данных о влиянии ионного азотирования в плазме тлеющего разряда повышенной плотности на структуру и фазовый состав диффузионного слоя, зависимости температуры азотируемой поверхности от длительности обработки, изменения микротвердости от технологических режимов, области возникновения эффекта полого катода, кривые нагрева и охлаждения

поверхности материала, а также кинетика роста азотируемого слоя для исследуемых сталей вносят существенный вклад в понимание физических процессов ионного азотирования, создают основу для разработки новых способов локального ионного азотирования, а также позволяют создать теоретическую базу для назначения приемлемых режимов обработки без дополнительных натуральных экспериментов.

### **Практическая ценность работы.**

Разработанная аналитическая модель процесса ИА с применением методики полнофакторного эксперимента позволила получить функцию изменения температуры нагрева обрабатываемой детали от регулируемых технологических параметров процесса ионного азотирования и состава газовой среды  $N_2$ -Ar- $H_2$ . Разработанная численная модель процесса ЛИА позволяет учитывать и регулировать тепловую энергию и концентрацию насыщающего элемента на отдельных поверхностях обрабатываемой детали и прогнозировать формирование градиентной структуры азотированного слоя с различными толщинами и свойствами за одну технологическую садку. Применение разработанных моделей позволит сократить время на технологическую подготовку производства вследствие возможности назначения новых технологических режимов без дополнительных экспериментов.

Впервые разработанные способы локального ионного азотирования с полым катодом (патенты РФ №2534906, №2534907), в магнитном поле (патенты РФ №2640703, №2654161), создания макронеоднородной структуры при ионном азотировании (патенты РФ №2534907, №2664106, № 2662518), а также способы, позволяющие повысить эффективность ионного азотирования конструкционных материалов (патенты РФ №2558320, №2562187, №2562185, №2687616) составили основу разработанных в рамках диссертационного исследования технологических процессов (ТП) локального ионного азотирования, позволяющих обрабатывать участки деталей машин и

механизмов, подверженных интенсивному износу, упрочнять детали, подверженные короблению, за счет снижения тепловой нагрузки в ходе ЛИА.

В рамках диссертационной работы для апробации разработанных новых технологий локального ионного азотирования с полым катодом и в магнитном поле была модернизирована установка ЭЛУ-5.

Разработан и рекомендован к внедрению технологический процесс локального ионного азотирования с полым катодом детали «шестерня» центрального конического привода двигателя летательного аппарата на ПАО «ОДК-УМПО». Разработанная технология позволила сократить длительность обработки в 2 раза, получить равномерный по длине профиля зуба диффузионный слой толщиной  $\sim 200$  мкм вследствие упрочнения зубчатого венца в плазме повышенной полости, образованной полым катодом, а также обеспечить требования чертежа за одну технологическую садку.

Разработан и внедрен в производство технологический процесс низкотемпературного (до  $\sim 450$  °С) локального ионного азотирования (патент РФ №2664106) детали «шток» пакерно-якорного оборудования, предназначенного для гидроизоляции пластов, производства НПФ «Пакер». Результаты лабораторных и производственных испытаний показали эффективность применения разработанной технологии низкотемпературного локального ионного азотирования с предварительным получением мелкозернистой структуры на рабочих участках детали. Так, толщина азотированного слоя на рабочих участках детали составила  $\sim 200$  мкм, а поверхностная микротвердость увеличилась на  $\sim 70\%$  в результате образования на поверхности материала высокоазотистых фаз железа, азотистого  $\alpha$ -твердого раствора и нитридов легирующего элемента хрома, что обеспечило значительное повышение эксплуатационных характеристик детали «шток» с минимальным уровнем деформации.

Разработан и внедрен в АО «БелЗАН» технологический процесс комбинированного многослойного упрочнения просечных пуансонов, включающий операцию ЛИА в МП. По результатам производственных

испытаний установлено, что после комбинированного многослойного упрочнения стойкость инструмента повысилась в 1,5-2 раза.

По всем внедренным на предприятиях результатам диссертационной работы имеются соответствующие акты.

### **Апробации результатов.**

Основные результаты диссертационной работы были представлены на конференциях различного уровня: научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» (Сочи, 2014 г.); Всероссийская школа-семинар с международным участием «Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений» (Томск, 2014 г.); Всероссийская конференция с международным участием «Физика низкотемпературной плазмы» (Казань, 2014, 2017 гг.); Международный конгресс «Energy Fluxes and Radiation Effects» (Томск, 2014, 2016, 2018 гг.); Международная конференция «Gas Discharge Plasmas and Their Applications» (Томск, 2015, 2019 гг.); Международная конференция «Material and Manufacturing Technology» (Бали, 2015 г.); Международная научно-техническая школа-семинар «Материаловедение и металлофизика легких сплавов» (Екатеринбург, 2015 г.); Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» (Москва, 2015, 2017 гг.); Международная конференция «Modification of materials with particle beams and plasma flows» (Томск, 2016 г.); Международная конференция «Discharges and electrical insulation in vacuum» (Сучжоу, Китай, 2016 г.); Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии» (Санкт-Петербург, 2017 г.); Международная конференция «Diffusion in Materials» (Хайфа, Израиль, 2017 г.); Международная конференция «Vacuum technique and technology» (Санкт-Петербург, 2018 г.); XXIV Уральская школа металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Магнитогорск, 2018 г.); XVII Всероссийская с международным участием школа-семинар по структурной макрокинетике для молодых ученых имени

академика А.Г. Мержанова (Черноголовка, 2019 г.); XVII Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (Москва, 2020); Международная конференция «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2020 г.).

По теме диссертации опубликовано 50 научных работ, в том числе 13 научных статей в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК, 12 работ в зарубежных научных изданиях, индексируемых в Web of Science или Scopus, 2 монографии, а также получено 5 патентов РФ.

### **Положения, выносимые на защиту.**

1. Особенности формирования упрочненных диффузионных слоев на отдельных участках деталей из сталей мартенситного, аустенитного, перлитного и ледебуритного классов от применяемых методов интенсификации процесса локального ионного азотирования.

2. Взаимосвязь технологических параметров процесса локального ионного азотирования и структурно-фазового состава, механических свойств и эксплуатационных характеристик формируемых диффузионных слоев в сталях мартенситного, аустенитного, перлитного и ледебуритного классов.

3. Аналитическая и численная модели, позволяющие прогнозировать распределение температуры обрабатываемой детали, а также распределение концентрации азота по толщине азотированного слоя в зависимости от регулируемых технологических параметров процесса ионного азотирования (давления  $P$  в рабочей камере, разности потенциалов  $U$  между электродами и соотношения компонентов рабочего газа  $N_2$ -Ar- $H_2$ ).

4. Способы локального ионного азотирования сталей в плазме азота повышенной плотности (с применением магнитного поля или полого катода), а также с предварительным деформационным измельчением структуры материала методами интенсивной пластической деформации, позволяющие ускорить процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза на локальных участках деталей подверженных интенсивному изнашиванию.

5. Новые технологии локального ионного азотирования сталей с применением магнитного поля, полого катода, а также предварительного деформационного измельчения структуры обрабатываемого материала, позволяющие получать диффузионные слои с высокими эксплуатационными характеристиками, а также сократить длительность процесса азотирования в 2-2,5 раза и снизить себестоимость обработки до 2-х раз.

**Личный вклад автора** заключается в непосредственном участии при проведении аналитического обзора отечественной и зарубежной литературы, патентной информации по теме диссертационного исследования, в разработке идеи ЛИА и новых способов ее реализации, в постановке цели и задач, а также формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, в проведении теоретических и экспериментальных исследований, апробации результатов работы в производственных условиях, интерпретации результатов исследований, подготовке публикаций по теме диссертации.

**Структура и объем работы.** Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, заключения и приложений, изложена на 359 страницах, содержит 202 рисунка, 17 таблиц и список литературы из 202 наименований.

**Благодарности.** Автор выражает огромную благодарность научному коллективу и директору НИИ ФПМ УУНиТ, д.ф.-м.н. Валиеву Р.З. за оказание помощи в подготовке модельных образцов из стали марок 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш, Р6М5 с деформационным измельчением структуры, полученных методом ИПДК, а также заведующему отделом материаловедения и лабораторией механических свойств ИФМ УрО РАН, д.т.н. Макарову А.В. за помощь в подготовке образцов из стали марки 12Х18Н10Т методом наноструктурирующей фрикционной обработки для исследования процесса ЛИА в рамках диссертационной работы.

# 1. АНАЛИЗ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СТАЛЕЙ ПРИ ЛОКАЛЬНОМ УПРОЧНЕНИИ

## 1.1 Анализ методов локального структурно-фазового модифицирования поверхностного слоя конструкционных материалов

Большинство деталей машин и механизмов в процессе эксплуатации подвергаются неравномерным нагрузкам и износу. В таких случаях необходимо применять технологии, позволяющие локально упрочнять и достигать максимальной износостойкости на контактных поверхностях деталей, оказывающих существенное влияние на ресурс изделия в целом. При этом структурно-фазовый состав, механические свойства и эксплуатационные характеристики при упрочнении должны гибко регулироваться в зависимости от условий эксплуатации деталей [64, 67, 79, 93].

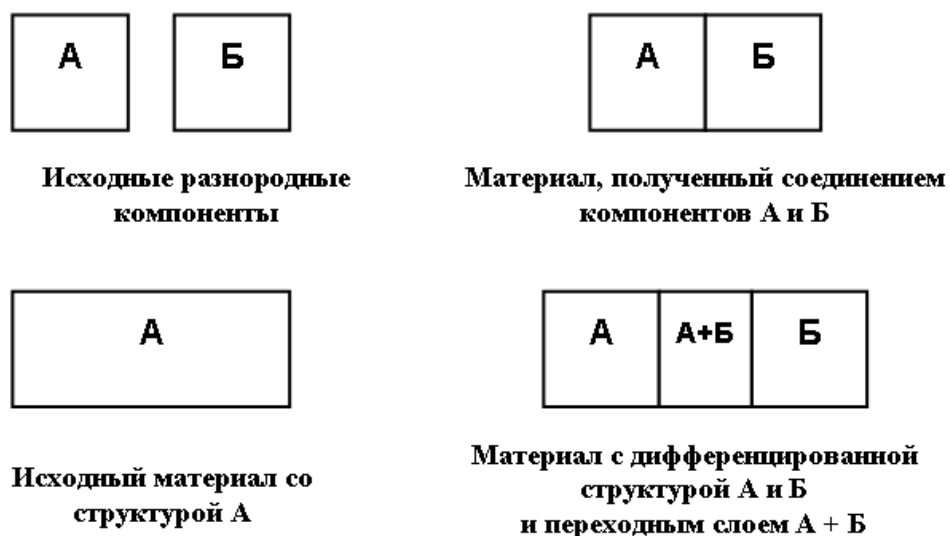


Рисунок 1.1 – Схема образования дифференцированной структуры [128]

Как правило, после локального упрочнения на обрабатываемой поверхности формируются различные участки, отличающиеся размерами и формами упрочненных зон, структурой, фазовым составом, физико-

механическими и эксплуатационными свойствами (рисунок 1.1). При этом переход между участками должен быть плавный с градиентным изменением свойств [128, 129].

Первые работы по созданию в сплавах макроскопических градиентов структурно-фазового состояния (макронеоднородной структуры) проводились в 70-х годах прошлого века научными сотрудниками Института физики металлов и Ждановского металлургического института и были предложены в качестве альтернативы известным способам получения армированных материалов. На рисунке 1.2 приведена классификация способов получения макронеоднородной структуры [128, 129].

Нередко, локальная обработка сводится к селективному упрочнению, как правило, менее прочной и твердой основы материала. Могут решаться и противоположные задачи, связанные с избирательным разупрочнением предварительно обработанных, упрочненных структур с высокими механическими свойствами после ТО, ХТО, ИПД и т.д. [51, 53, 62, 163].

В зависимости от назначения и решаемой проблемы существуют различные схемы гетерогенных структур (рисунок 1.3), получаемые в результате локальной обработки. В случае локальной поверхностной обработки упрочнённые участки имеют определенные параметры: форму и площадь упрочненного пятна, шаг чередования или плотность распределения по поверхности [128, 129].

В научной литературе встречается множество исследований и способов [97, 172, 85, 171, 190], посвященных комбинированным методам локального упрочнения легированием (лазерное, электро-искровое, в электро-дуговых печах и т.д.) и последующим азотированием (электролитно-плазменное, в муфельных печах и т.д.) стальных деталей, что позволяет сэкономить на дорогостоящих конструкционных материалах.



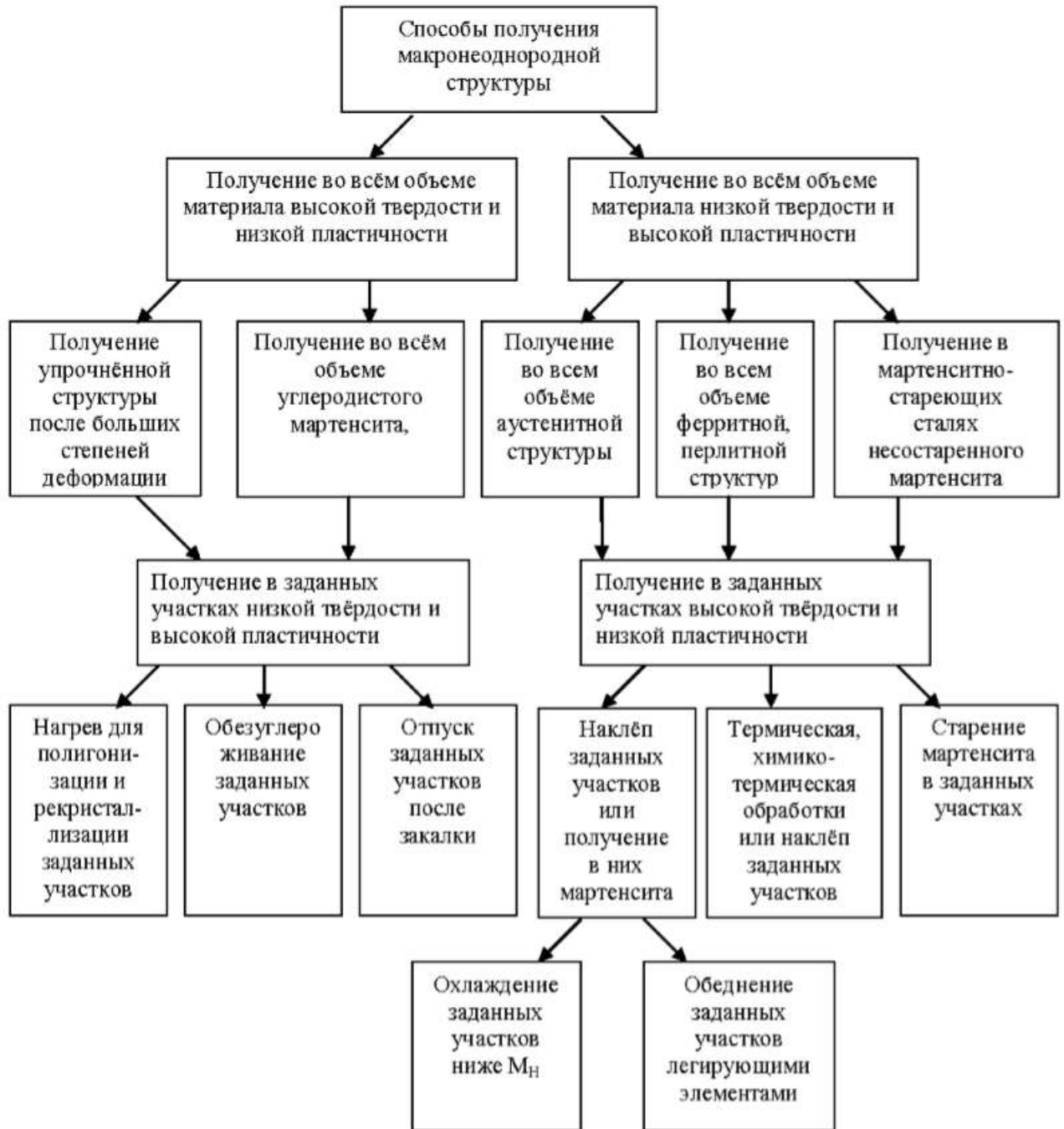


Рисунок 1.2 – Способы получения макронеоднородной структуры [129]

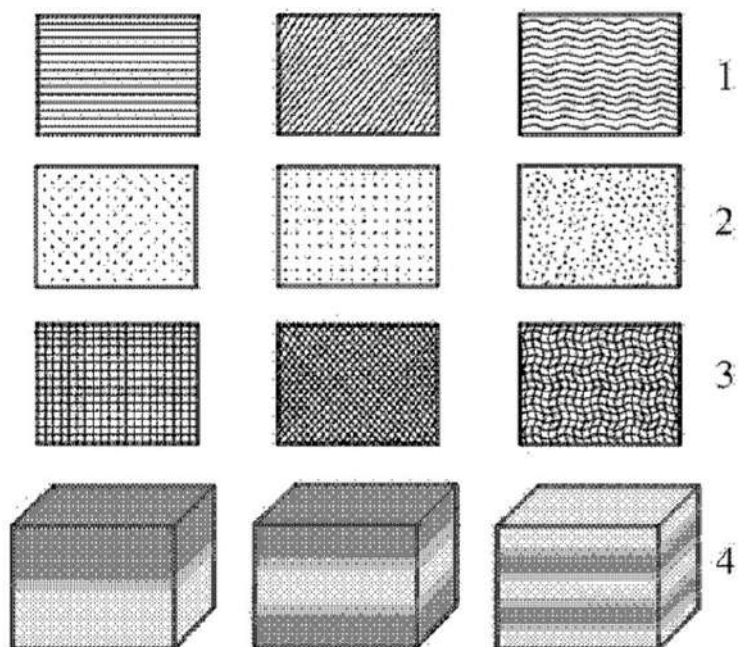


Рисунок 1.3 – Виды гетерогенных структур: 1 – линейчатая; 2 – точечная; 3 – сетчатая; 4 – слоистая [129]

Учеными из Московского автомобильно-дорожного института под руководством О.В. Чудиной [190, 191, 192, 193] была разработана комбинированная технология дифференцированного упрочнения углеродистых конструкционных и нелегированных инструментальных сталей, заключающаяся в лазерном легировании нитридообразующими элементами *Cr*, *V*, *Mo*, *Nb* и *Al* с последующим азотированием.

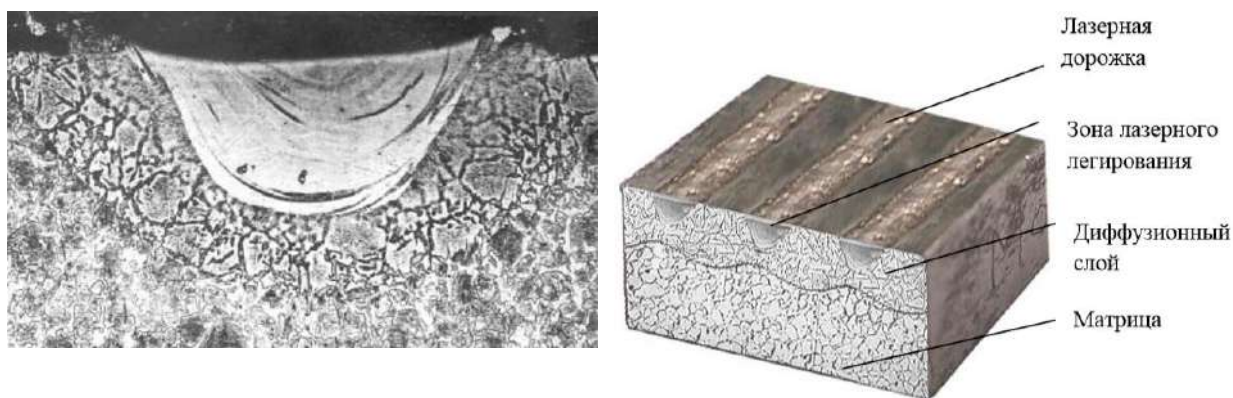


Рисунок 1.4 – Микроструктура стали 45 после лазерного легирования *Mo* с последующим азотированием

Результаты исследований авторов [190, 191, 192, 193] показали, что наилучшие результаты достигаются на сталях с содержанием углерода  $0,1 \dots 0,3\%C$  и легированных  $Al$ ,  $V$  и  $Cr$ . Последующее азотирование позволяет повысить микротвердость малоуглеродистых сталей до 20000 МПа, а износостойкость – в 1,5-3 раза, по сравнению с дорогостоящими нитраллоями, типа 38Х2МЮА.

Авторы [171] предлагают проводить локальное легирование путем нанесения на поверхность материала обмазки, содержащей  $Cr$  48-49%,  $Mn$  48-49%,  $Ti$  2-4% и последующим термодиффузионным насыщением путем нагрева плазменной дугой. После охлаждения детали проводят цементацию с целью образования карбидных фаз  $MnC$ ,  $CrC$  и  $TiC$  и повышения устойчивости к ударным и знакопеременным нагрузкам. Следует отметить, что любое введение легирующих элементов в сталь приводит к удорожанию готового изделия.

Известен способ [149] дифференцированной термической обработки (армирования) листового проката, сущность которого заключается в фиксации листового проката после нагрева между двумя теплоотводящими плитами с фигурными прорезями для избирательного охлаждения поверхности листа. Суммарная площадь упрочненных участков может регулироваться в широком диапазоне от 20% до 80% и иметь различные конфигурации отверстий (рисунок 1.5). Способ позволяет управлять характеристиками металла в широких пределах, например, для стального листа из стали 09Г2 толщиной 8 мм предел текучести  $\sigma_T$  может меняться в пределах от 330 до 600 Н/мм<sup>2</sup>, а величина относительного удлинения  $\delta$  – от 7,5 до 30 %.

В некоторых случаях слоистую гетерогенную структуру в листовом прокате получают путем ускоренного одностороннего охлаждения, в результате которого происходит процесс термического армирования с градиентом прочностных свойств по толщине заготовки [126, 127].

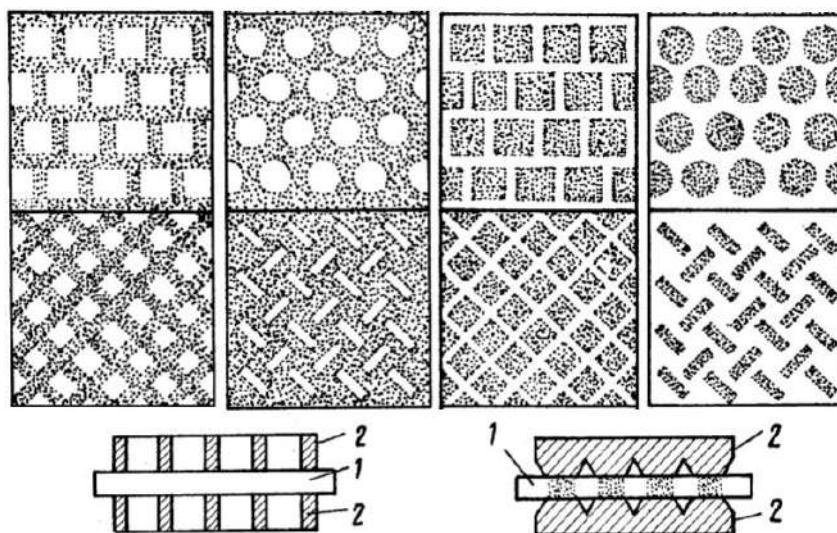


Рисунок 1.5 – Схема локального охлаждения листового проката: 1 – листовой прокат; 2 – теплоотводящая плита с отверстиями [149]

Сотрудниками ОАО «ЕВРАЗ ЗСМК» г. Новокузнецк [150, 151] была разработана технология дифференцированной ТО железнодорожных рельсов из стали марки Э76ХФ категории ДТ350 длиной до 100 метров с прокатного нагрева. Установлено, что в результате дифференцированной ТО по сечению изделия образуется градиентная структура (рисунок 1.6), обусловленная различными скоростями охлаждения элементов профиля (головки, шейки, подошвы). Так твердость на головке составила 373...393 *HV*, в шейке – 313...339 *HV*, а в подошве – 314...359 *HV*.

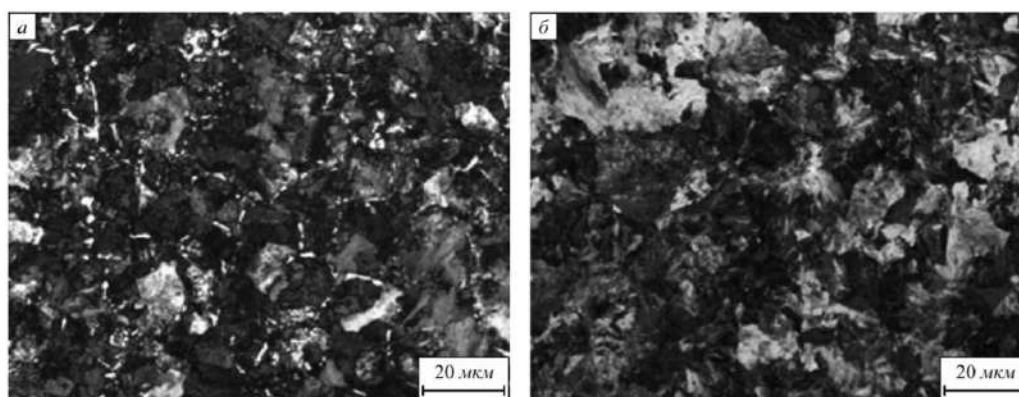


Рисунок 1.6 – Градиентная структура рельсов: а – участок объемной ТО, б – участок дифференцированной ТО [150]

Микроструктура рабочей поверхности рельса представляет собой сорбит закалки и небольшие выделения феррита по границам зерен. Таким образом, дифференцированная ТО позволяет увеличить ресурс изделия в 1,5 раза и снизить затраты на содержание до 35% относительно объемнозакаленных рельсов [150, 151].

В работе [165] дифференцированная закалка применена для локального упрочнения железнодорожных колес, выполненных из углеродистой стали Ст2. Следует отметить, что детали работают в условиях действия высоких циклических нагрузок и пиковых напряжений, поэтому к ним предъявляются высокие требования по твердости, контактной выносливости и прочности. От этого зависит безопасность движения поездов и срок службы колес. После дифференцированной закалки на поверхности детали образуется градиентная структура с высокодисперсными пластинчатыми продуктами распада аустенита (рисунок 1.7), что приводит к повышению твердости, износо- и трещиностойкости рабочей поверхности детали.

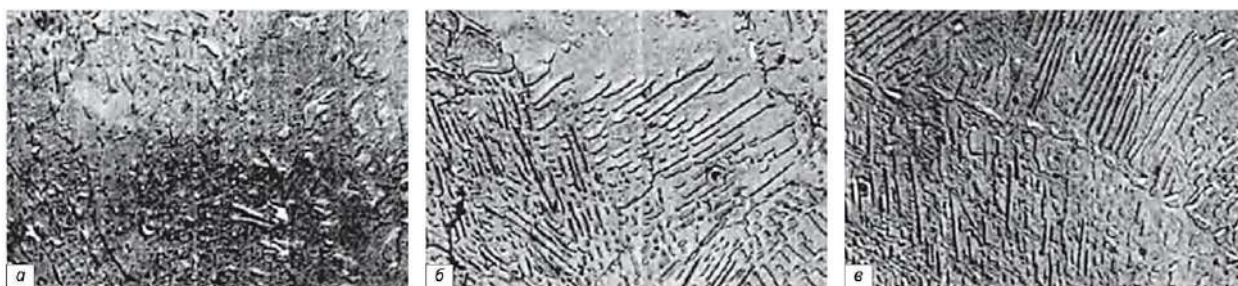


Рисунок 1.7 – Изменение структуры колесной стали по глубине упрочненного слоя:  
а – 5 мм, б – 15 мм, в – 30 мм [165]

Известны работы [136, 200] по применению дифференцированной ТО для прокатных валков из сталей марок 9ХФ, 75ХМ, 60Х2СМФ, 45Х4МФ и др., в результате которой обеспечивается высокий комплекс эксплуатационных свойств изделий, сочетающий пластичные структуры сердцевины и шеек валков, с твердым рабочим поверхностным слоем, обладающим высоким сопротивлением износу, наклепу и выкрашиванию.

В работе [95] для получения гетерогенной структуры на трущейся поверхности детали, например, шейки вала, изготовленной из низкоуглеродистой стали 30, через трафарет наносится узорчатое покрытие из битумного лака с величиной ячеек 1-2 мм и шириной 0,5-0,6 мм, после просушки которого вал покрывается слоем меди толщиной 0,02 мм в ванне с электролитом. Далее вал подвергается цементации в твердом карбюризаторе в течение 2-3 часов при температуре 930-950°C и последующей нормализации. В результате обработки получают чередующиеся упрочненные участки с твердостью 62-64 HRC, при этом твердость вязких прослоек составляет 25-30 HRC, что позволяет увеличить износостойкость поверхности в 8 раз за счет возникновения на контактной поверхности повторяющегося макрорельефа.

В способе [173] предлагается локальное цементирование рабочих поверхностей технологической оснастки (штампов, прессформ, фильер и т.д.) путем нанесения пасты из порошкообразных сухих компонентов (углекислый барий  $BaCO_3$ , бентонит, маршалит и сажа ДГ-100) и последующего нагрева при температуре 920-980°C. В результате образования в диффузионном слое большого количества карбидов значительно повышается износостойкость обрабатываемых изделий.

Исследователями из Воронежского государственного технического университета был разработан способ локального азотирования [170], заключающийся в размещении спрессованной из порошка титана и спеченной в активной среде азота накладки на подверженную износу поверхность детали насоса для перекачки агрессивных сред. Диффузионное насыщение поверхности детали азотом происходит за счет нагрева в вакуумной печи (для титанового сплава ВТ1 при температуре 1000°C в течение 7 ч) при контактом давлении накладки на обрабатываемый участок. В результате такой обработки образуются локальные износостойкие участки на рабочих участках деталей путем азотирования из твердой фазы.

Работа [134, 161] посвящена исследованию гетерогенной структуры, полученной на поверхности стали марки 13X11H2B2MФ-III методом ИА в ТР



с ПК. Разнородная структура на поверхности материала образуется в результате формирования в полости технологического экрана плазмы с неоднородной концентрацией заряженных частиц. В результате обработки на поверхности материала образуются локальные упрочненные участки (рисунок 1.8) с твердостью до 16700 МПа по Виккерсу.

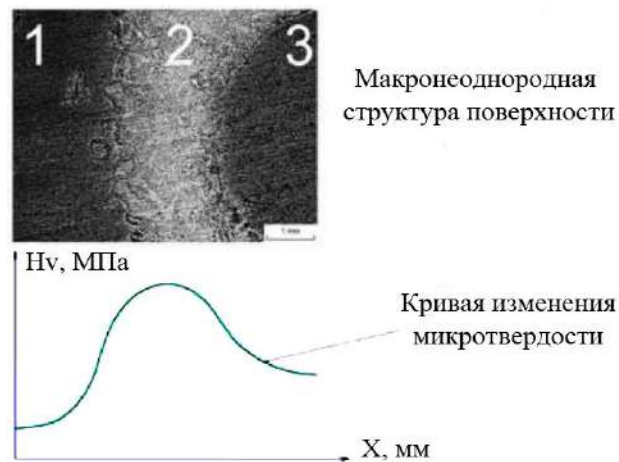


Рисунок 1.8 – Измерение микротвердости гетерогенной структуры на поверхности стали марки 13X11H2B2MФ-Ш [134]

В работе ученых из Национального исследовательского технологического университета (МИСиС) [137] для увеличения поверхностной твердости и износостойкости, а также улучшения шероховатости поверхности стали марки 30ХГСА, применялся способ азотирования с использованием локальных концентрированных потоков энергии (лазерно-плазменное азотирование). В процессе обработки в среде смеси газов  $Ar-N_2-CH_4-H_2$  поверхность материала оплавляется под действием концентрированных потоков энергии и насыщается азотом из лазерной плазмы. В результате такой обработки в поверхностном слое материала образуются III зоны (рисунок 1.9): I – микро- и субмикроструктурная структура мартенсита толщиной 3-5 мкм с включениями нитридов и карбидов; II – зона термического влияния со структурой тростита закалки; III – исходная структура материала.

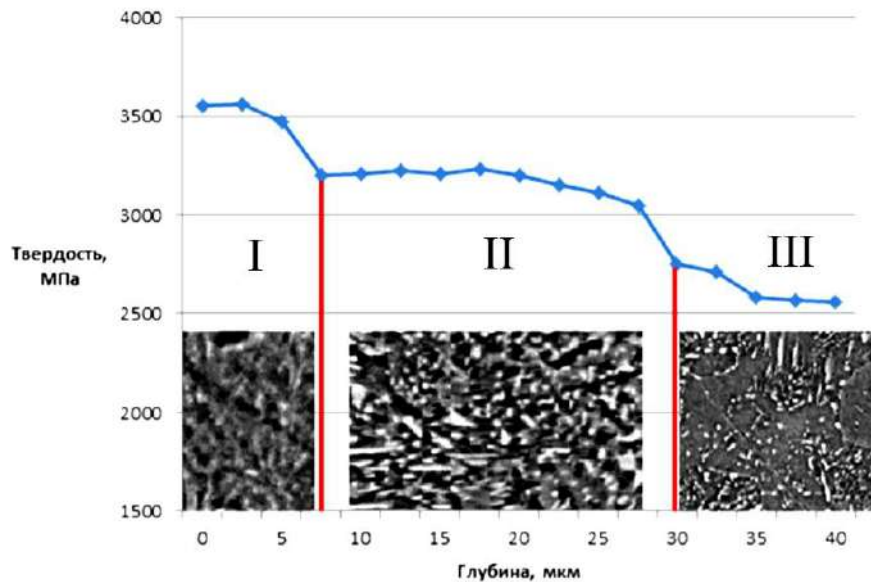


Рисунок 1.9 – Распределение микротвердости по глубине образца из стали марки 30ХГСА [137]

Зачастую при эксплуатации деталей происходит неравномерный износ поверхности [58], например, коленчатый вал двигателя внутреннего сгорания автомобильного транспорта и сельскохозяйственной техники (рисунок 1.10).

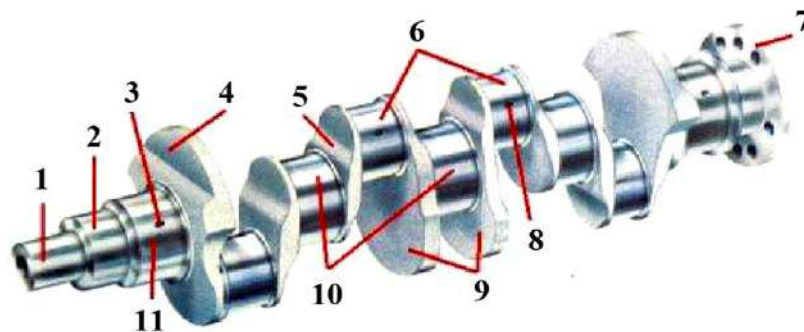


Рисунок 1.10 – Конструкция коленчатого вала: 1 – носок; 2 – посадочное место шестерни привода распределительного вала; 3 – отверстие для подвода масла; 4 – противовес; 5 – щека; 6 – шатунные шейки; 7 – фланец маховика; 8 – отверстие для подвода масла; 9 – противовесы; 10 – коренные шейки; 11 – коренная шейка упорного подшипника [58]

Кованные коленчатые валы изготавливаются из углеродистых сталей марок 45, 45А, 40Х, 20Г2 и 50Г ( $> 52 HRC$  твердость шеек после ТО), для



дизельных двигателей используют высоколегированные стали марок 18ХНМА, 18ХНВА и 40ХНМА ( $> 48 HRC$ ). Для литых коленчатых валов применяют высокопрочный чугуn ВЧ 50-1,5 ( $HB 187-255$ ). Сложная форма детали может стать причиной коробления при ТО и ХТО. В этой связи применение методов локального упрочнения (азотирование, местный наклеп, обдувка стальной дробью) является весьма актуальным.

Еще одним примером детали с неравномерным износом в процессе эксплуатации, особенно в верхней части, является втулка цилиндра дизельного двигателя 8ЧН 25/34. Причина такого износа заключается в особенностях кинематики перемещения шатуна, в результате которого втулка цилиндра испытывает неравномерные нагрузки по длине и по всей площади внутренней поверхности. В дальнейшем это приводит к повышенному расходу масла и преждевременному выходу двигателя из строя. Профессором Л.П. Клименко было предложено в местах наибольшего износа детали увеличить твердость путем применения неравномерной ТО [88], заключающейся в избирательном направленном охлаждении водо-воздушной смесью нагретой до  $750-800^{\circ}C$  поверхности детали. После неравномерной ТО на различных участках детали образуются различные по свойствам структуры (рисунок 1.11).

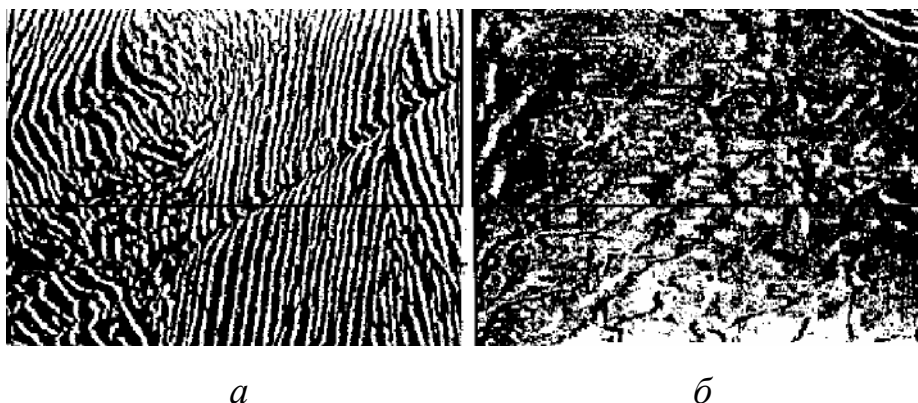


Рисунок 1.11 – Образующая структура перлита после неравномерной ТО:  
*a* – верхний участок детали,  $\times 8000$ ; *б* – нижний участок детали,  $\times 8000$  [88]

В работе [88] отмечается, что неравномерная ТО позволила увеличить твердость поверхности втулки в верхней зоне, подверженной интенсивному износу (рисунок 1.12) до 330 НВ, когда как на остальных участках твердость поверхности составила 220 НВ.

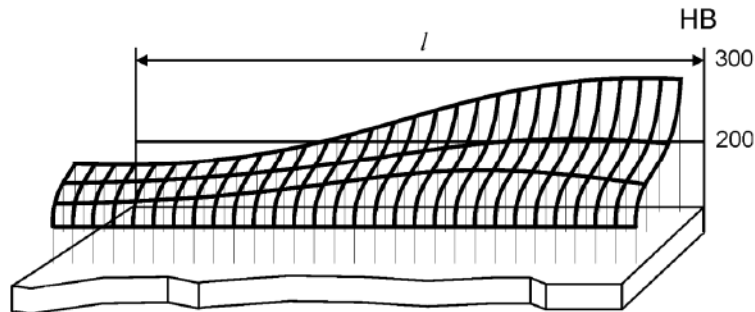


Рисунок 1.12 – Распределение твердости по высоте втулки после упрочнения [88]

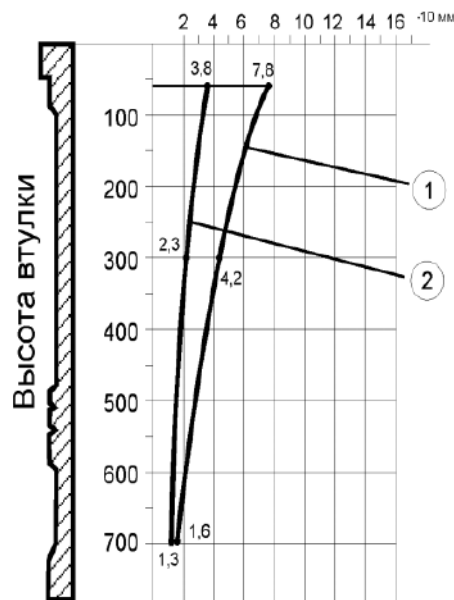


Рисунок 1.13 – Эпюры износа втулок дизеля 8ЧН 25/34:

1 – серийные втулки, 2 – втулки после упрочнения [88]

Локальное увеличение твердости рабочей поверхности втулки, несомненно, приводит к изменению трибологических свойств и износостойкости. На рисунке 1.13 приведены эпюры износа по длине рабочей поверхности детали. Результаты исследований показывают, что предложенная

профессором Л.П. Клименко технология неравномерной обработки позволяет снизить износ в наиболее изнашиваемых участках детали в  $\sim 2$  раза.

Способ неравномерной ТО был использован учеными из Сибирской государственной горно-металлургической академии [166] для решения проблемы неравномерного износа ножей рабочих органов землеройных машин. Неравномерная ТО заключалась в избирательном охлаждении с температуры заковки поверхности детали струей сжатого воздуха (рисунок 1.14), в результате которой твердость передней поверхности режущей кромки составила 4000...5000 МПа, а тыльной – 3000...4000 МПа. Такие характеристики детали позволяют сохранить режущую способность на протяжении всего срока службы [166].

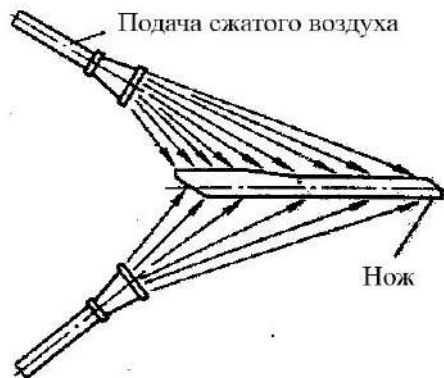


Рисунок 1.14 – Схема локальной ТО ножей землеройных машин [166]

Однако не всегда ТО может обеспечить требуемые механические и эксплуатационные характеристики поверхности детали. В этом случае прибегают к методам ХТО, в частности ИА, которое широко применяется в промышленных масштабах для увеличения целого ряда комплекса физико-механических и эксплуатационных свойств деталей машиностроения [56, 64, 79].

Зачастую возникает производственная необходимость в упрочнении крупногабаритных либо длинномерных деталей, например, труб. При азотировании размеры обрабатываемой детали ограничиваются габаритами рабочей камеры. С целью упрочнения внутренней поверхности труб

исследователи из Пермского научно-исследовательского технологического института разработали способ [175], схема которого приведена на рисунке 1.15.

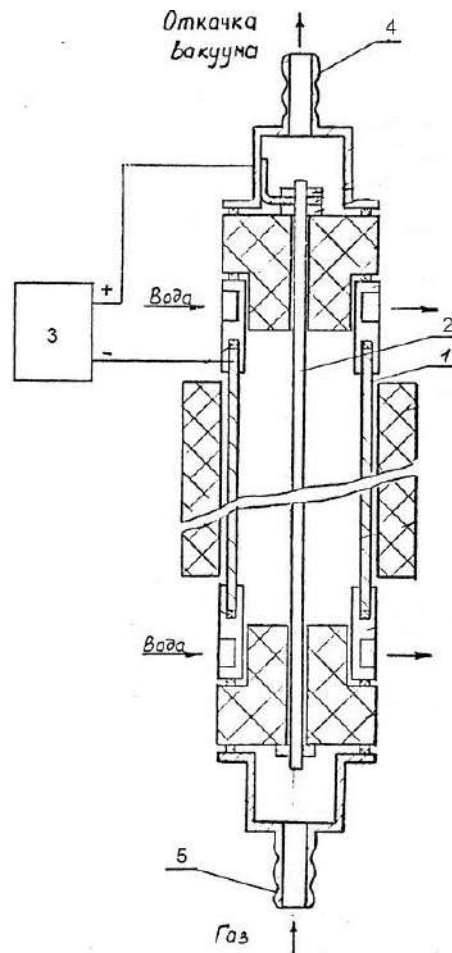


Рисунок 1.15 – Схема ИА внутренней поверхности длинномерных трубных изделий:  
 1 – деталь-катод; 2 – анод; 3 – источник питания; 4 – штуцер для откачки вакуума;  
 5 – штуцер для подачи рабочего газа [175]

Сущность способа [175] заключается в том, что вакуумной камерой для процесса ИА служит само длинномерное трубное изделие, внутри которого в среде газообразного азота зажигается ТР между электродами и производится диффузионное насыщение в течение 12 ч при температуре азотирования.

Исследователями Института сильноточной электроники СО РАН г. Томск предложено азотирование внутренней поверхности длинномерных изделий в плазме несамостоятельного ТР с ПК, которое позволяет получить в трубке из стали марки 12Х18Н10Т длиной 300 мм и диаметром 25 мм за 1 ч

обработки диффузионный слой глубиной 60 мкм с поверхностной микротвердостью ~ 7 ГПа [96].

При необходимости защиты некоторых поверхностей деталей от азотирования в условиях единого и мелкосерийного производства применяют различные защитные покрытия на основе олова, в виде гальванического покрытия толщиной 6-8 мкм или порошка, жидкое стекло, химическое (8-10 мкм) или гальваническое (до 30 мкм) никелирование [56].

При ИА защита поверхности деталей от диффузионного насыщения при серийном производстве достигается путем применения многократных в использовании металлических или диэлектрических экранов, различных штифтов, винтов, труб, ящиков и колпаков, винтов и гаек, пробок и т.д. [56] (рисунок 1.16).

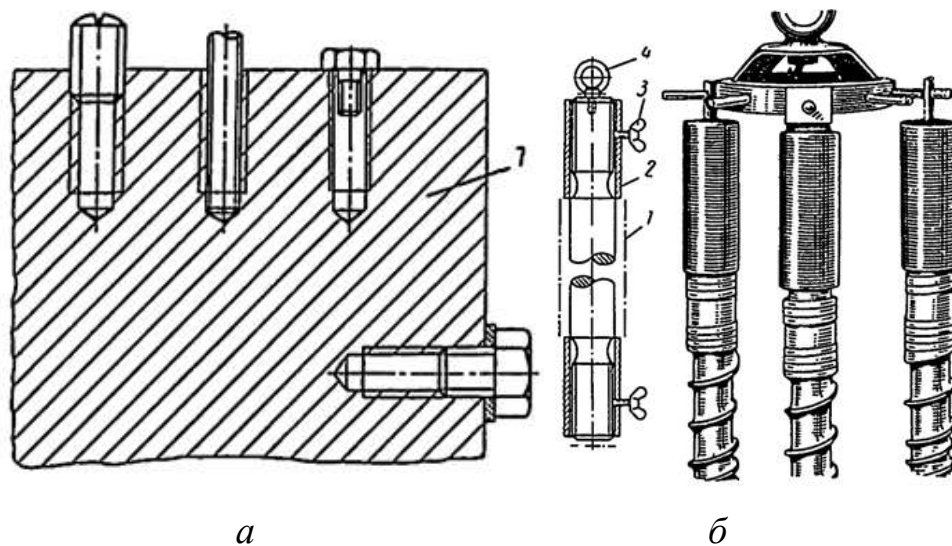


Рисунок 1.16 – Примеры защиты поверхности деталей от азотирования экранированием: *а* – защита штифтами, винтами и т.д.; 1 – азотируемая поверхность; *б* – экранирование втулками; 1 – азотируемая поверхность; 2 – втулка; 3 – винт; 4 – рымболт [56]

Проведенный анализ отечественной и зарубежной литературы показал, что в зависимости от конфигураций деталей, условий их эксплуатации, требований, предъявляемых к рабочей поверхности конструкторской документацией, могут применяться различные методы локального

упрочнения. Для упрочнения большинства деталей машин, работающих в парах трения в условиях локального интенсивного износа и больших контактных знакопеременных нагрузок, предпочтителен метод азотирования.

## **1.2 Анализ методов интенсификации процесса ионного азотирования**

Результаты последних исследований в области ХТО показывают, что современные вакуумные ионно-плазменные методы диффузионного насыщения азотом (ионное азотирование) вытесняют классические традиционные технологии, такие как газовое и жидкостное азотирования, благодаря возможности регулирования и прогнозирования структурно-фазового состава и физико-механических свойств упрочняемой поверхности, а также экономичности, экологичности процесса [56, 82]. Несмотря на большие преимущества, процесс ИА, по-прежнему, остается длительным [146]. Технология ИА состоит из следующих процессов, отвечающих за формирование диффузионного слоя [122]: образования активного азота, абсорбции и адсорбции атомов азота, диффузии азота в металл. Активация перечисленных процессов ведет к интенсификации ИА.

В исследованиях Переваловой О.Б., Панина А.В., Синяковой Е.А. [139, 140] было установлено, что предварительная ультразвуковая обработка позволяет значительно интенсифицировать диффузионные процессы и повысить прочностные характеристики стали ЭК-181 при азотировании вследствие измельчения структуры материала, увеличения плотности дефектов и ускорения адсорбционных процессов [139]. Промежуточная УЗО перед ИА при 600 °С стали ЭК-181 позволяет достигнуть за 5 мин упроченный слой толщиной 30 мкм и микротвердостью 7200 МПа. Также известны работы исследователей из Московского автомобильно-дорожного государственного технического университета [153, 154], связанные с исследованиями комбинированного метода ультразвуковой обработки с азотированием для деталей транспортного

машиностроения, в результате которого ускоряется процесс диффузии и улучшается шероховатость обрабатываемой поверхности материала.

Другим перспективным методом интенсификации процесса ИА является оксиазотирование [50, 59, 141, 197, 198] в среде аммиака и кислорода конструкционных и инструментальных сталей, позволяющее увеличить скорость насыщения до 2-х раз. Из-за взрывоопасности предпочтительно проведение процесса оксиазотирования в среде аммиака и воздуха. Процесс происходит в два этапа. Сначала подается в камеру кислород или воздух для образования оксидной пленки, а затем производится напуск аммиака. В процессе насыщения на обрабатываемой поверхности образуется пористая оксидная пленка из  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ , облегчающая проникновение азота через поры вглубь материала [141].

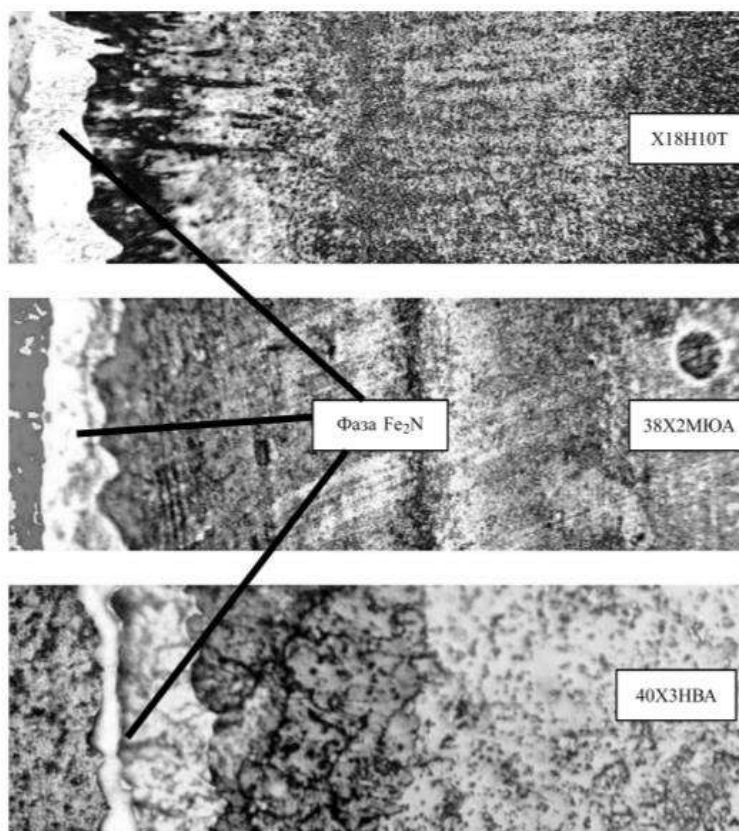


Рисунок 1.17 – Диффузионные слои сталей при оксиазотировании [197]

Рентгеноструктурный анализ поверхности стали марки 38X2MЮА после оксиазотирования показал наличие самой высокоазотистой фазы  $\zeta$  ( $Fe_2N$ ) (рисунок 1.17), которая может образовываться из оксида железа.

Поэтому увеличение градиента концентрации за счет образования  $\xi$ -фазы ведет к интенсификации диффузионных процессов при ИА. Подобное образование  $\xi$ -фазы наблюдалось и в сталях марок 40X13, X18H10T и 40X3HBA [197, 198].

В работах Белашовой И.С., Бибикова П.С. и др. [3, 60, 61, 65, 155] исследовано влияние 3-стадийного газо-термоциклического азотирования (рисунок 1.18) в среде с чередующейся подачей аммиака с воздухом на механические и эксплуатационные свойства мартенситных сталей марок 03X11H10M2T и 13X11H2B2MФ.

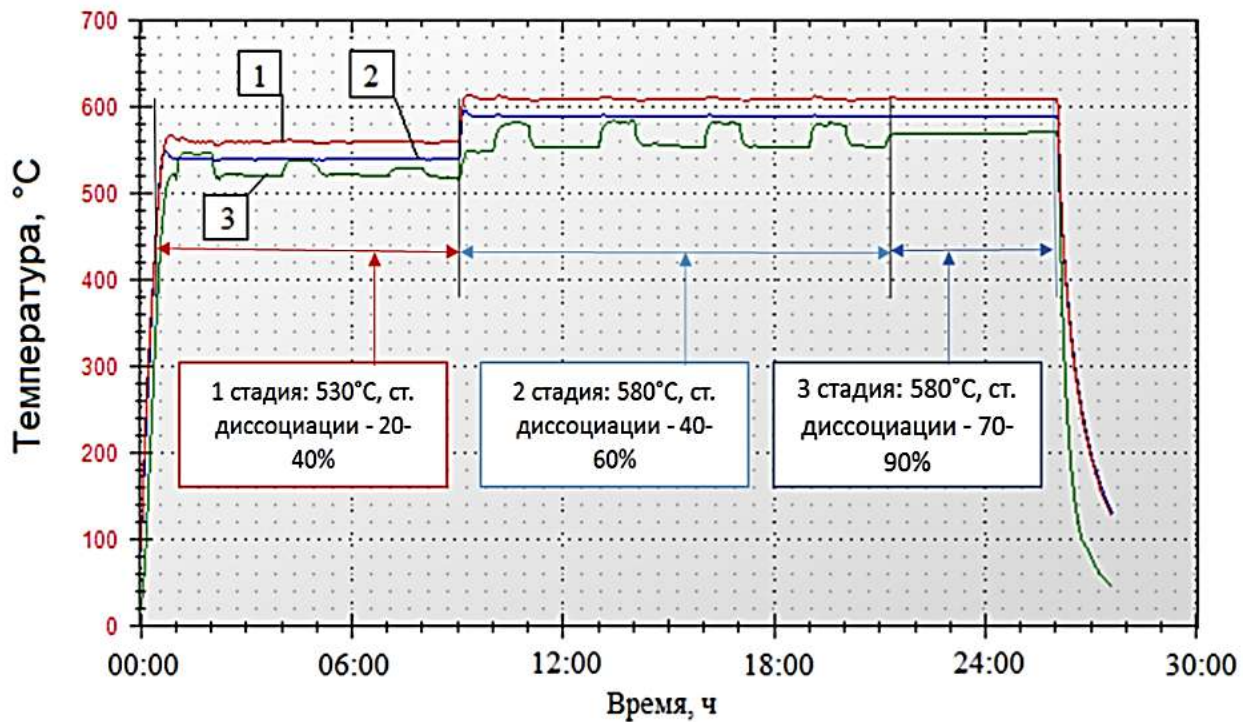


Рисунок 1.18 – Диаграмма процесса 3-стадийного газо-термоциклического азотирования

На первой стадии азотирования при температуре 530°C и степени диссоциации 20-40% на поверхности формируется градиент концентрации насыщающего элемента и образуется диффузионный слой с высокими значениями твердости до 16000 МПа. На втором этапе температура обработки повышается до 580°C с целью интенсификации диффузионных процессов и снижения твердости диффузионного слоя. Целью третьей стадии является



получение равномерного диффузионного слоя и снижение хрупкости материала в результате уменьшения концентрации азота на поверхности материала, вследствие оттока с поверхности вглубь диффундирующего элемента. Интенсификация процесса азотирования происходит за счет увеличения атомарного азота в атмосфере и повышения его термодинамической активности в материале, а также в результате формирования на поверхности материала пористой оксидной пленки ( $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ) и образования активных центров на поверхности для проникновения азота вглубь материала [65].

В работе [52] для интенсификации процесса диффузионного насыщения применялся метод газобарического азотирования сталей марок ВКС-5, ВКС-7, 20Х3НЗМФБ, 25Х5М. Сущность способа заключается в проведении процесса азотирования при высоких давлениях азотной атмосферы 30-150 МПа, позволяющих значительно, в 3-4 раза, повысить эффективность процесса. Мартенситностареющие комплексно-легированные теплостойкие стали нашли широкое применение для деталей авиастроения, работающих в высоконагруженных парах трения, таких как шестерни, втулки, и т.д. [81, 115].

Еще одним способом интенсификации процесса ИА является применение ЭПК [29, 39], который зачастую возникает в каналах, отверстиях, когда негативные области ТР перекрываются (рисунок 1.19). В полости ПК плотность плазмы увеличивается до  $10^{12}$  см<sup>-3</sup> [13]. ЭПК используют при проектировании различных активных экранов, применяющихся для эффективности нагрева садки при ГО или ХТО [18, 27], а также для различных источников генерации ионов при обработке в плазме несамостоятельного тлеющего разряда [57, 87].

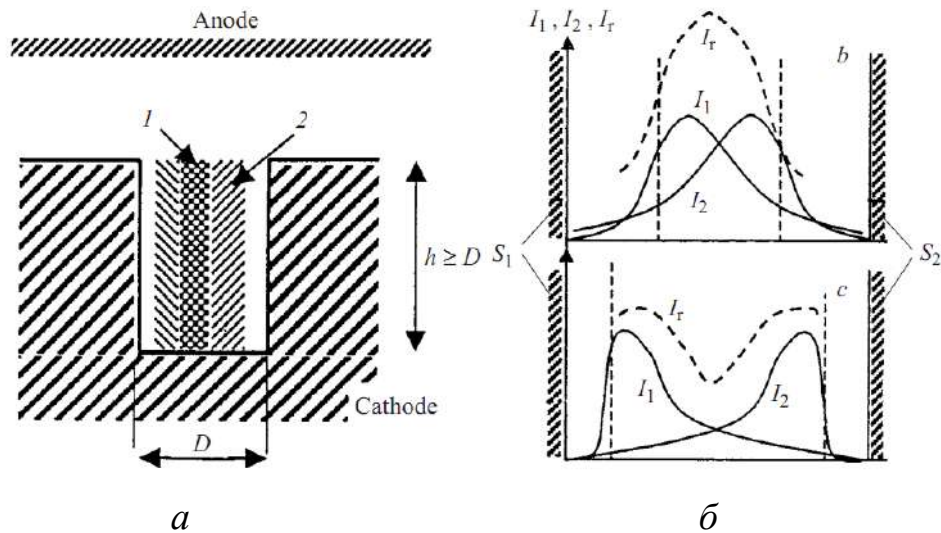


Рисунок 1.19 – Схема возникновения ЭПК (а) и изменение интенсивности свечения ТР между электродами (б): 1 – перекрытие, 2 – негативное свечение,  $I_1, I_2$  – интенсивности негативного свечения,  $I_r$  – результирующая интенсивность свечения [13]

В работах [3] установлено, что оптимальное расстояние между технологическим экраном и поверхностью детали при ИА с ПК составляет 5-7 мм (рисунок 1.20).

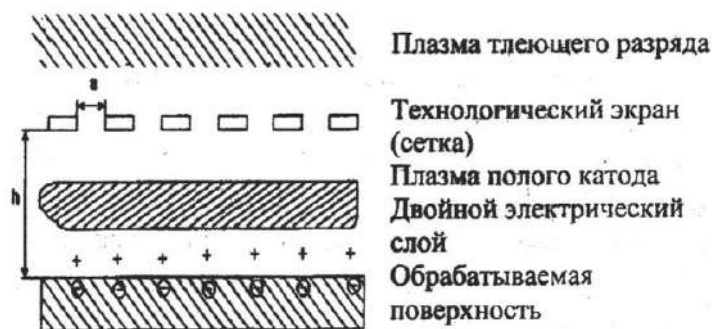


Рисунок 1.20 – Схема полого катода при ИА:  $h$  – расстояние от поверхности детали до технологического экрана,  $a$  – параметр технологического экрана [64]

В работе [13] проводились исследования по влиянию технологических параметров ТР (давление, напряжение) на проявление ЭПК в клиновидном приспособлении с длиной 300 мм, размером раскрытия 30 мм и глубиной 60 мм. Установлено, что с увеличением давления или разности

потенциала яркое свечение, возникающее при проявлении ЭПК, смещается в сторону меньших зазоров (рисунок 1.21).

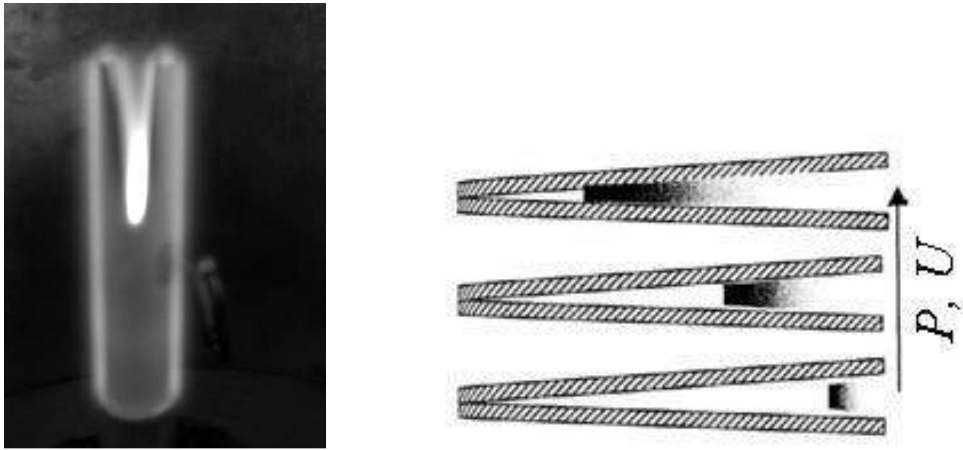


Рисунок 1.21 – Влияние технологических параметров ТР на проявление ЭПК [13]

В работе [39] проводились исследования по влиянию геометрических параметров зазоров на проявление ЭПК (рисунок 1.22).

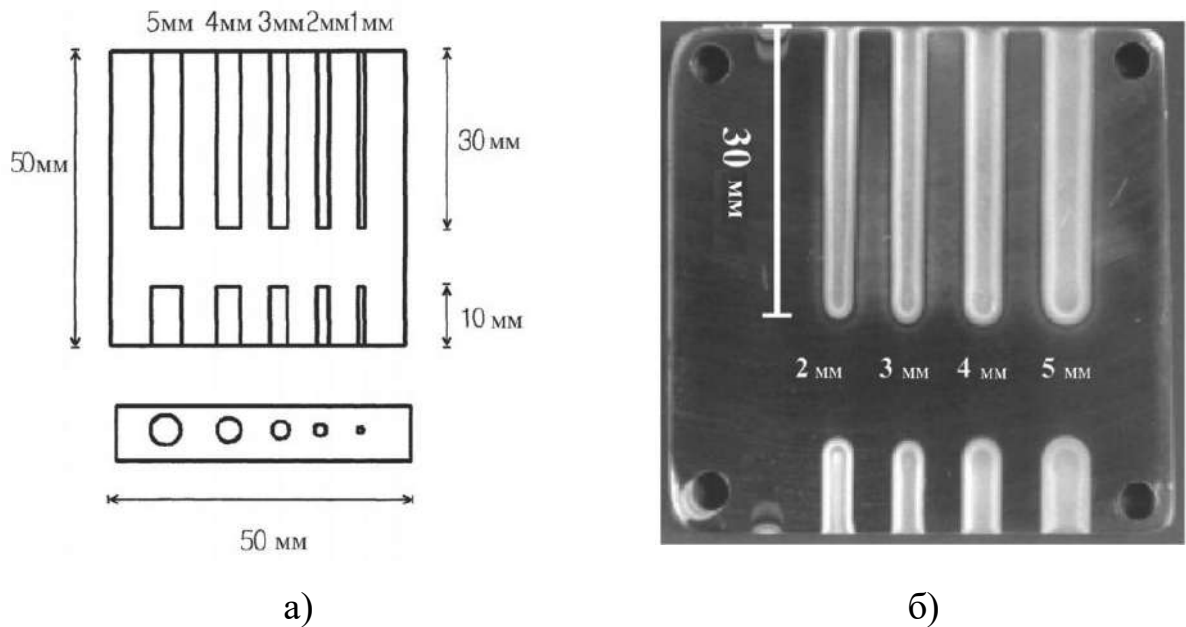


Рисунок 1.22 – Влияние геометрических параметров зазоров (а) на проявление ЭПК (б) [39]

В работе [160] установлено, что ток разряда при ИА с ПК в несколько раз больше, чем при ИА без ПК (рисунок 1.23). Это объясняется процессами дополнительной ионизации в полости технологического экрана.

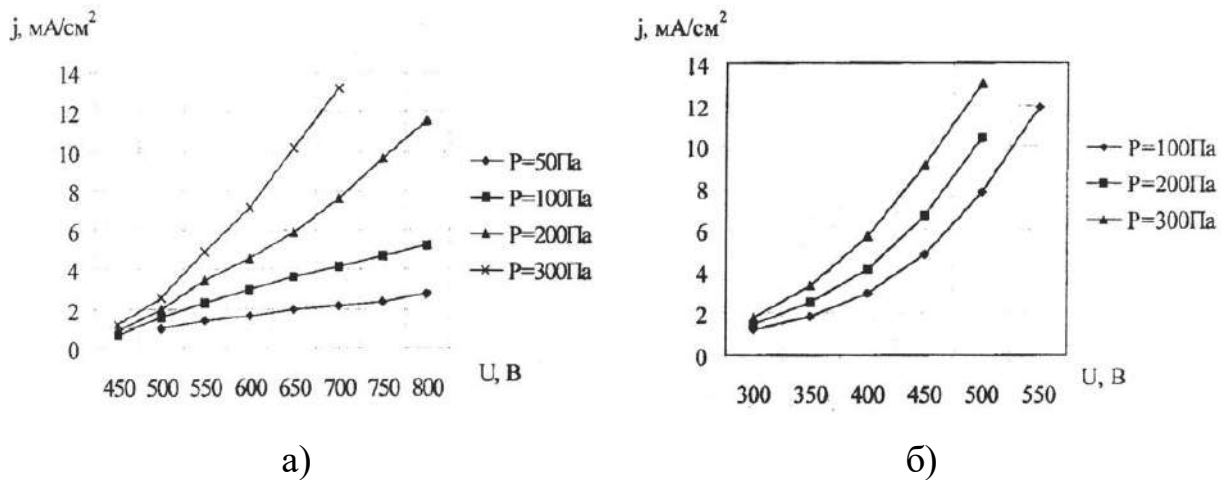


Рисунок 1.23 – ВАХ ТР: а – без ЭПК, б – с ЭПК [160]

В некоторых случаях конфигурация детали позволяет создавать ЭПК без дополнительных технологических экранов. Учеными [31] проводились экспериментальные работы по ИА с ПК детали шестерня из стали марки СК45. ЭПК при ИА возникал между зубцами детали. На рисунке 1.24 приведен фрагмент шестерни с геометрическими размерами.

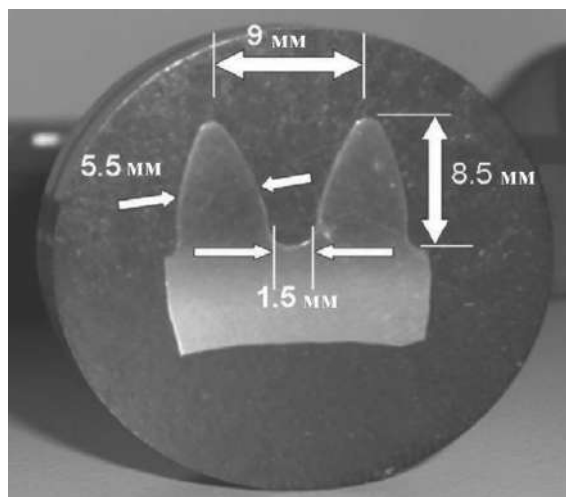


Рисунок 1.24 – Геометрические размеры шестерни для ИА с ПК [31]

Недостатком предложенного способа является зависимость параметров и результатов ИА от модуля зубчатой передачи. В работах [37], для равномерности получаемых диффузионных слоев на различных участках детали применялся импульсный режим ИА (рисунок 1.25).

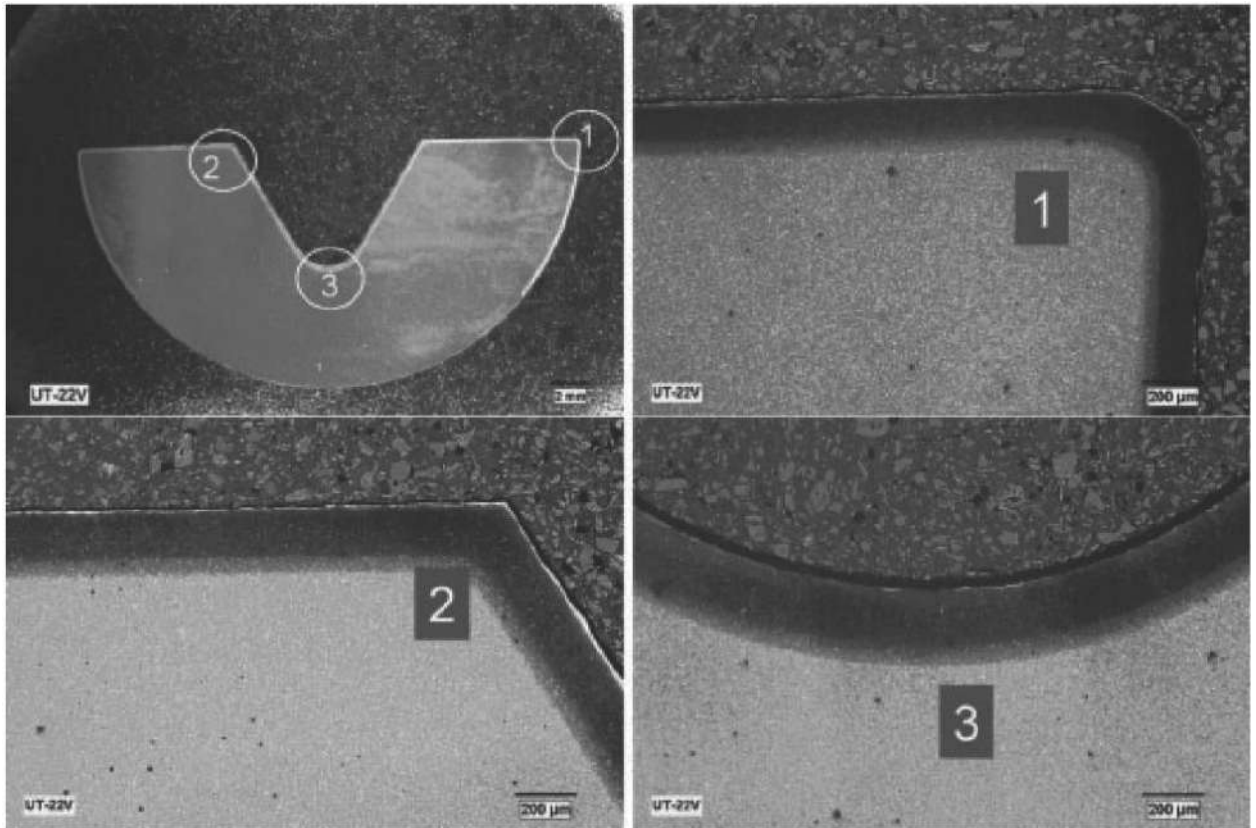
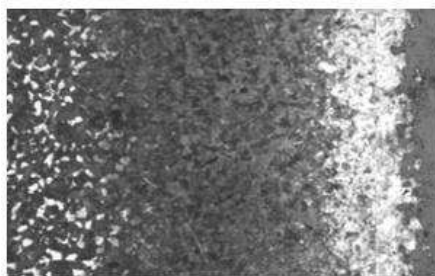
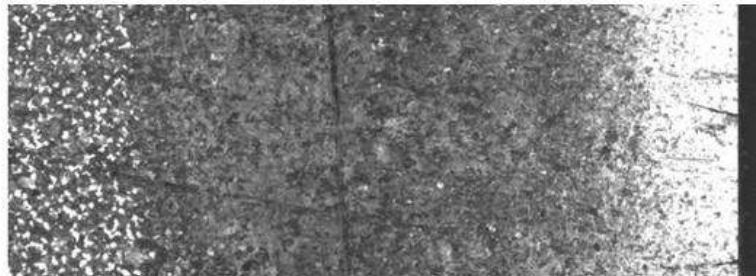


Рисунок 1.25 – Толщина диффузионного слоя на различных участках образца, имитирующего зубчатое колесо [37]

Исследователями из Уфимского государственного авиационного технического университета Будиловым В.В., Агзамовым Р.Д., Рамазановым К.Н. доказано, что ИА с ПК приводит к увеличению нитридной зоны в 2-3 раза, а диффузионной зоны твердого раствора азота в  $\alpha$ -железе – на 50–70% (рисунок 1.26) [3].



с плоским катодом



с ЭПК

Рисунок 1.26 – Структура диффузионного слоя стали марки 38ХМЮА после ИА с ПК (x50) [3]

ЭПК активно применяется при обработке трудноазотируемых сталей с высоким содержанием  $Cr$  и титановых сплавов [94]. Так, учеными из Томского института сильноточной электроники СО РАН [86] использовался ЭПК для ИА титана ВТ1-0 при низких давлениях. При этом формируется многослойная структура с высокой микротвердостью (до 14 ГПа), состоящая из слоя нитрида титана, слоя диффузионного насыщения и слоя термического влияния. Известны способы низкотемпературного ИА титанового сплава марки ВТ6 в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде [1, 35, 174]. Благодаря высокому вакууму данный метод позволяет повысить эффективность диффузионных процессов. Основным недостатком данного метода является направленность потоков ионов насыщающего элемента, что требует проектирования дополнительных планетарных механизмов вращения деталей в процессе обработки.

В ранних работах [40] по исследованию влияния МП (напряженностью 25-30 Ое) при азотировании отмечается, что создаваемое электромагнитной катушкой МП ускоряет в 3-4 раза процесс газового азотирования в среде аммиака  $HN_3$  для сталей марок 40Х и 38ХМЮА.

В работе [43] применялось сильное МП для селективного азотирования в среде аммиака  $HN_3$  и водорода  $H_2$  на примере чистого железа. Исследователями установлено, что внешнее сильное магнитное поле оказывает значительное влияние на фазовые превращения при азотировании.

В исследованиях [46, 74] использовалось МП для интенсификации процесса диффузионного насыщения при ИА применительно к конструкционной стали марки 08Х18Н10Т и инструментальным сталям марок Р6М5 и Х12. Установлено, что ИА при 80 Па позволяет увеличить скорость диффузионного насыщения до 0,8 мкм/мин при обработке до 4 ч и получить на поверхности материала твердые нитридные фазы  $Fe_3N$ ,  $CrN$ .

### **1.3 Особенности управления диффузионным насыщением при ионном азотировании сталей**

Большая часть деталей машин и механизмов работают в условиях интенсивного износа, что способствует преждевременному разрушению поверхностного слоя материала. На сегодняшний день существует множество методов упрочнения поверхности сталей и сплавов с целью повышения эксплуатационных характеристик (ТО, ХТО, механическая обработка и др.) [56, 64, 67, 93]. Известно [64], что среди всех методов ХТО особенно выделяется ИА благодаря своим преимуществам, однако этот процесс по-прежнему является длительным. Например, для стали марки 06Х15Н6МВФБ для получения диффузионного слоя толщиной 100 мкм длительность обработки составляет 5 ч [82]. Поэтому актуальной задачей на сегодняшний день является разработка способов, позволяющих интенсифицировать процесс диффузионного насыщения при ИА в ТР [64]. Для решения вышеизложенной проблемы необходимо разобраться в особенностях диффузии азота в металл при ионном азотировании.

Литературный анализ показал, что на скорость диффузии азота влияют такие составляющие, как исходная структура стали, легирующие элементы материала и технологические параметры ИА.

### 1.3.1. Влияние структурно-фазового состава материала на протекание диффузионных процессов при ионном азотировании

Известно [44], что достигаемая твердость материала при упрочнении связана с уровнем микродеформаций и дефектов кристаллической решетки. При этом, если структура стали характеризуется высокой плотностью дефектов, то нитриды преимущественно формируются по дефектам, а это приводит к возникновению более крупных нитридов, решетка которых полукоррентна или некогерентна решетке твердого раствора. Твердость в этом случае ниже, что обусловлено меньшим уровнем микродеформации азотированного слоя [196].

Мартенситные стали являются высокопрочными, однако они имеют относительно низкую износостойкость. Решение данной проблемы возможно с помощью азотирования, что способствует повышению твердости и износостойкости. Так, в работе [66] было изучено влияние мартенситной структуры стали марки H26ЮЗТБ на свойства азотируемого слоя. Структуру мартенсита получили закалкой от 900 °С в воде с дополнительным охлаждением в жидком гелии. Исходная структура мартенсита имеет высокую степень дефектности кристаллической структуры, плотность дислокаций составляет  $2,8 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , что намного больше плотности дислокаций  $8 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$  для равновесного аустенита. Это способствовало формированию высокой микротвердости (8700 МПа) и глубокого азотированного слоя (115 мкм) у образцов с мартенситом (микротвердость равновесного аустенита составила 7400 МПа, глубина модифицированного слоя 90 мкм). Объясняется это большей насыщаемостью азотом [66] из-за несовершенной структуры мартенсита. Диффузия азота в исходной структуре мартенсита идет не только по границам зерен, но и внутри зерна, это способствует большей скорости роста азотируемого слоя (рисунок 1.27).



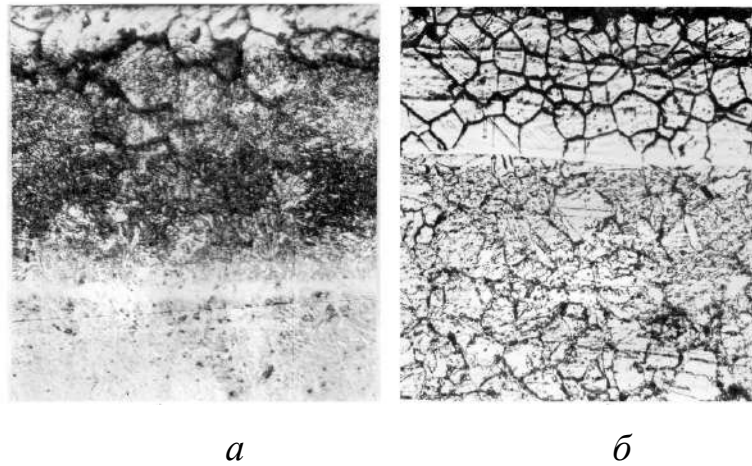


Рисунок 1.27 – Микроструктура азотированной стали марки Н26Ю3ТБ: а – исходная структура стали – мартенсит, б – исходная структура стали – равновесный аустенит [66]

Как уже было сказано ранее в азотируемых сталях модифицированный слой формируется преимущественно диффузией азота по границам бывших аустенитных зерен. Поэтому можно предположить, что будут различия в структуре поверхностных слоев азотированных сталей после деформационного измельчения.

Исследования последних лет [44, 66, 105, 125, 202] показали, что азотирование сталей с УМЗ структурой приводит к увеличению толщины модифицированного слоя, по сравнению с азотируемыми сталями с крупным зерном. Стали с УМЗ структурой имеют высокую плотность линейных дефектов и большеугловых границ, которые являются наиболее предпочтительными для диффузии азота [99, 152].

Так, в работе С.С. Югай [202] исследовали влияние размера зерна на азотируемость стали марки 12Х2Г2НМФТ. На рисунке 1.28 представлены микроструктуры стали марки 12Х2Г2НМФТ после различных видов обработок и с размерами зерен 15, 70 и 2 мкм.

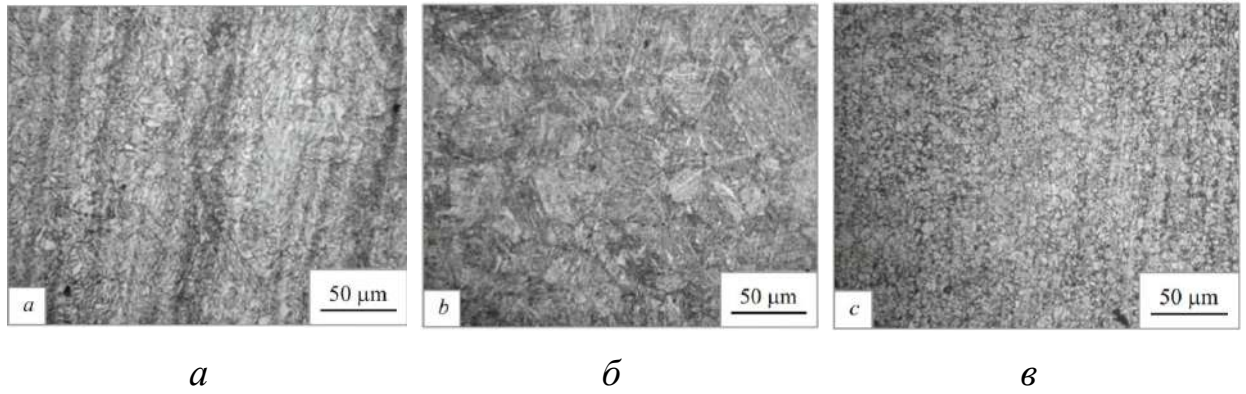


Рисунок 1.28 – Микроструктура стали марки 12Х2Г2НМФТ после различных режимов обработки: а – горячекатанное состояние, б – закалка от 1200°С в течение 40 мин, в – термоциклирование при 1030°С, 20 с, 5 циклов [202]

После азотирования образцов величиной зерна 15 мкм (рисунок 1.29, а) наблюдается формирование тонкого нитридного слоя толщиной 5 мкм, зона внутреннего азотирования характеризуется однородным строением, что обеспечивается равномерной диффузией азота. Нитриды также равномерно распределены по всему объему. Общая толщина модифицированного слоя составляет 0,5 мм. Азотирование стали величиной зерна 70 мкм (рисунок 1.29, б) приводит к увеличению нитридного слоя до 20 мкм, при этом диффузионный слой не такой глубокий и однородный. Ионная модификация азотом стали с размером зерна 2 мкм (рисунок 1.29, в) приводит к формированию модифицированного слоя толщиной 0,4 мм. Зона внутреннего азотирования имеет однородное дисперсионное строение. Высокая твердость поверхностного слоя наблюдается у сталей с размером зерен 70 мкм и 2 мкм. Поверхностная твердость стали с размером зерна 15 мкм немного ниже. При этом на расстоянии от поверхности 0,25 мм твердость стали с крупным зерном намного меньше твердости сталей с мелким, что обусловлено различной концентрацией азота на этой глубине [202].

Стали после деформационного измельчения характеризуются высокой плотностью большеугловых границ, которые способствуют ускорению диффузии азота. Это и приводит к формированию большого количества

нитридов, которые упрочняют слой. Таким образом, размер аустенитного зерна влияет на формирование модифицированного слоя в процессе диффузии азота.

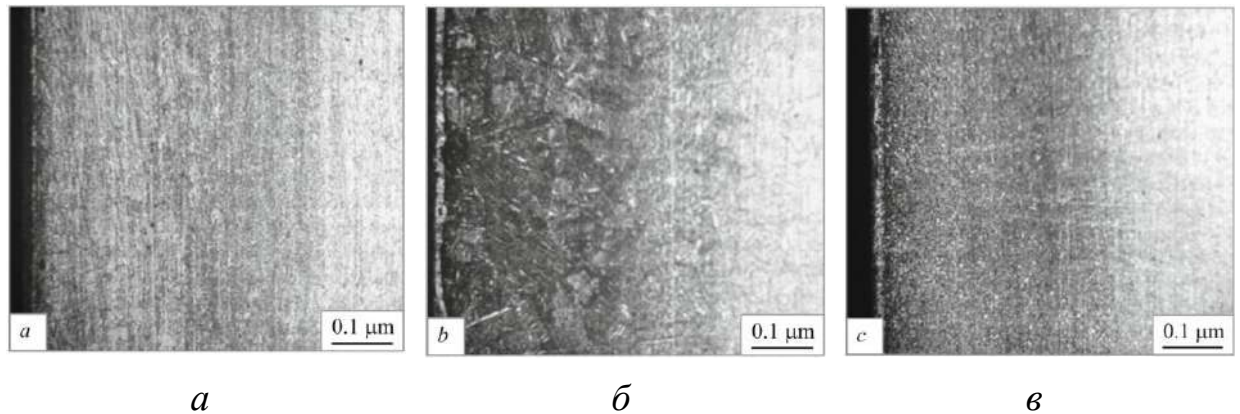


Рисунок 1.29 – Микроструктура азотированной стали марки 12Х2Г2НМФТ после различных режимов обработки: а – горячекатанное состояние, б – закалка от 1200°С в течение 40 мин, в – термоциклирование при 1030°С, 20 с, 5 циклов [202]

Последние результаты по данной теме [44, 45, 104, 105] показали, что измельчение зерна может значительно ускорить процесс азотирования при низких температурах. Это связано с большим количеством границ зерен в мелкозернистых материалах, которые позволяют значительно снизить энергию активации диффузии азота и повысить кинетику азотирования [10].

Так в работе [44] железную пластину с чистотой 99,95 мас. % подвергли ИПД для достижения наноструктуры в поверхностном слое (8 нм), затем азотировали при температуре 500°С в течение 2 часов. Результаты сравнивали с образцом, не прошедшим ИПД, и азотированным при таких же параметрах. Микроструктурные исследования показали, что азотированный поверхностный слой НК образца состоит из трех зон: нитридный слой (I), переходная зона (II) и зона диффузии (III). Азотированный слой образца, не подверженного ИПД, состоит из нитридного слоя и зоны диффузии, как показано на рисунке 1.30.

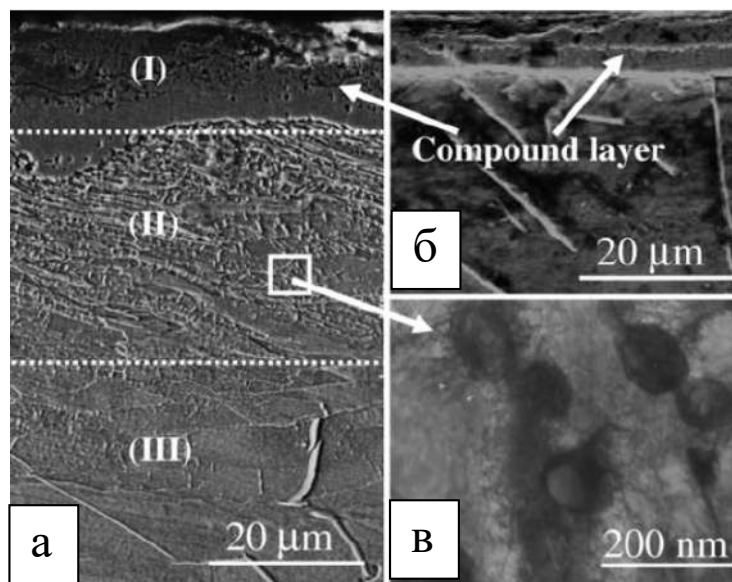


Рисунок 1.30 – Микроструктура азотированного железа:

а – в наноструктурном состоянии, б – в крупнозернистом состоянии,  
в – светлопольное изображение слоя наноструктурного образца [44]

С помощью растровой электронной микроскопии было доказано, что толщина азотированного слоя образца, подвергнутого ИПД, в два раза больше, чем у образца с исходной структурой (рисунок 1.30). Это подтверждает, что нанокристаллизация поверхности значительно ускоряет процесс диффузии азота. Изменение твердости по глубине согласуется со структурными результатами. Так, максимальная твердость в образцах получена в I зоне, однако в УМЗ состоянии твердость составила 6,1 ГПа, а у исходного образца, не подверженного ИПДК – 4 ГПа (рисунок 1.31). Значение твердости II зоны наноструктурного образца составляет 3,7 ГПа и превышает значение твердости II зоны исходного образца со значением 2 ГПа, что связано с обилием мелкодисперсных выделений нитридов [44].

Таким образом, наглядно показано (рисунок 1.31), что наноструктурный слой поверхности значительно способствует процессу диффузии азота, что увеличивает толщину и повышает твердость азотированного слоя.

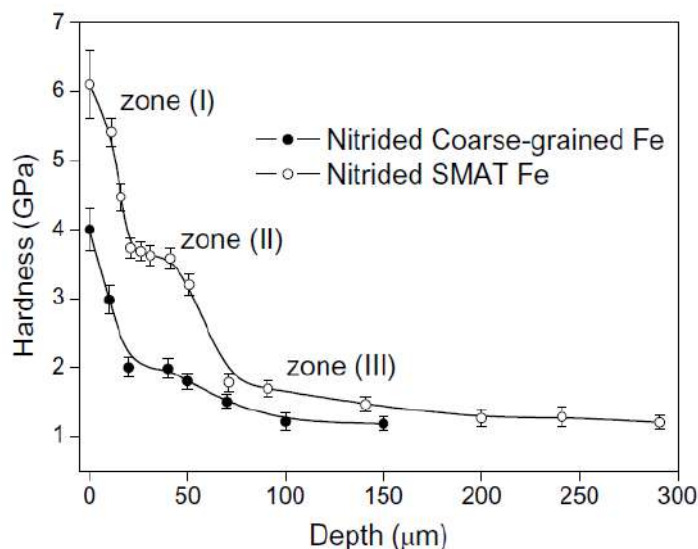


Рисунок 1.31 – Изменение твердости по глубине азотированного слоя: а – образца, не прошедшего ИПД, б – образца, после ИПД [44]

В работе [45] на образцах из хромомолибденалюминиевой стали была изучена диффузия азота в материале с различными размерами структурных составляющих. По результатам исследований было установлено, что при азотировании образца с исходной крупнозернистой структурой преобладает диффузия азота, протекающая в решетке. Ее кинетика связана с температурой, чем выше температура, тем диффузия азота протекает быстрее. Однако, в наноструктурном состоянии азот может диффундировать и при низких температурах за счет многочисленных границ зерен, а также дислокаций, вызванных пластической деформацией, которые являются каналами диффузии азота. Кроме того, формирование нитридов является процессом зародышеобразования. Границы зерен являются предпочтительными гетерогенными зародышеобразованиями нитридов. А так как в нанокристаллическом материале большое количество межзеренных границ, то, очевидно, и большая плотность зародышеобразования нитридов [118].

### 1.3.2. Влияние легирующих элементов материала на протекание диффузионных процессов при ионном азотировании

Известно [17, 64], что легирующие элементы, содержащиеся в сталях, заметно влияют на растворимость азота в железе (рисунки 1.32, 1.33), на образуемые азотистые фазы и физико-механические свойства поверхности упрочняемого материала. Основной примесью в сталях является углерод, поэтому по содержанию углерода все стали делятся на низкоуглеродистые, среднеуглеродистые и высокоуглеродистые, а по содержанию легирующих элементов – на низко-, средне- и высоколегированные. При этом легирующие элементы можно разделить на нитридо-, карбидообразующие и не образующие нитриды и карбиды.

Увеличение концентрации легирующих нитридообразующих элементов в сталях при ИА приводит к увеличению поверхностной твердости, вследствие выделения мелкодисперсных нитридов, например, *Cr*, *W*, *Mo*, *V* и уменьшению скорости диффузии азота в материале [56, 64].

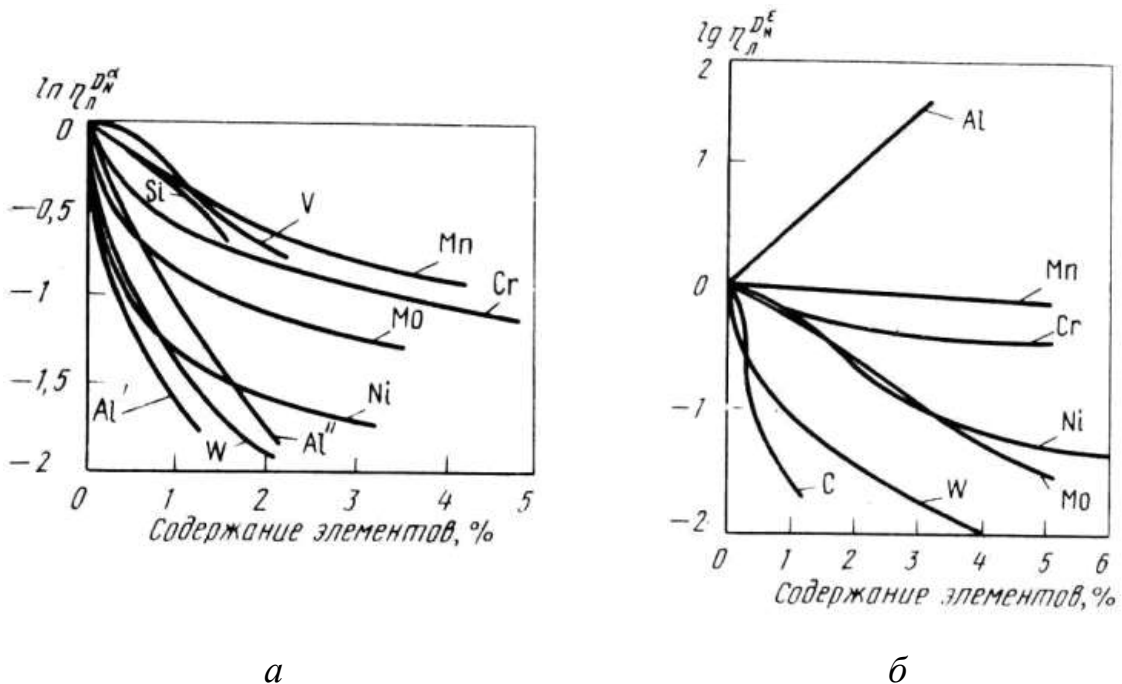


Рисунок 1.32 – Зависимость влияния легирующих элементов на диффузию азота в  $\alpha$ -фазе (а) и  $\epsilon$ -фазе (б) при  $T=550^{\circ}\text{C}$  [122]

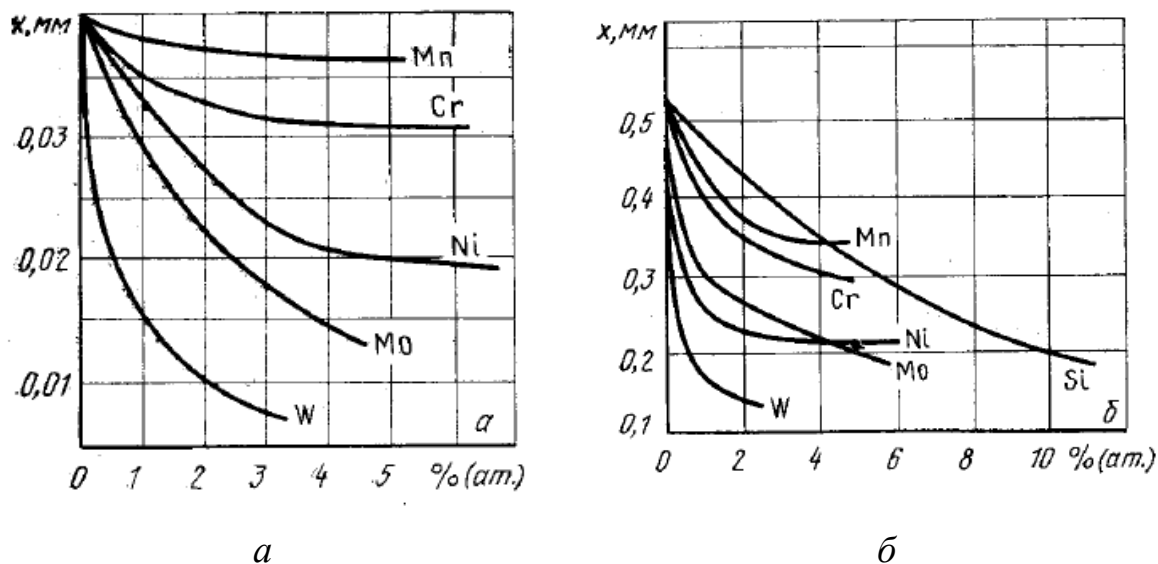


Рисунок 1.33 – Влияние легирующих элементов на толщину нитридной зоны ( $\varepsilon$ -фаза) (а) и зоны внутреннего азотирования (б) при  $T=550^{\circ}\text{C}$  [122]

Легированные стали ( $\text{Mo}$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{Cr}$ ,  $\text{V}$ ) после азотирования имеют, как правило, высокую поверхностную твердость  $\text{HV } 850 - 1200 \text{ кгс/мм}^2$  из-за хорошей растворимости азота в железной матрице и за счет формирования в насыщаемом слое ультрадисперсных нитридов, в то время как твердость азотированной поверхности у деталей из углеродистых и слаболегированных сталей не превышает  $\text{HV } 350 - 500 \text{ кгс/мм}^2$  [119]. Такие высокие степени упрочнения достигаются в высоколегированных инструментальных сталях.

Такие легирующие нитридообразующие элементы, как  $\text{Al}$ ,  $\text{Cr}$ ,  $\text{Mo}$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{V}$ , обычно применяют в специальных для азотирования сталях марок 35ХМЮА, 38ХМЮА, 38ХВЮА - нитраллоях, так как в этих сталях азотированный слой обладает высокой твердостью и меньшей склонностью к ее потере [82]. Нитраллои в основном применяются для изготовления таких деталей машиностроения как шестерни, валы, шпиндели и др., в которых требуется твердый и износостойкий поверхностный слой с относительно вязкой и мягкой сердцевиной [80, 116, 117].

В настоящее время нет однозначного мнения о влиянии алюминия на диффузию азота в сталях. В работах Ю.М. Лахтина отмечается, что алюминий практически не влияет на растворимость азота в  $\alpha$ -фазе, благоприятствуя

образованию легированной  $\gamma'$ -фазы [122]. По данным работы Д. Харитончика и В. Моисеенко [177] установлено, что алюминий задерживает диффузию азота. Известно, что высокие характеристики твердости азотированного слоя достигаются на сталях, содержащих по крайней мере 1,8% алюминия (рисунок 1.34) [83]. Так, крупногабаритные азотированные зубчатые колеса, изготовленные из сталей, содержащие в качестве основного легирующего элемента алюминий, имеют твердость азотированного слоя около 1200 HV, что обусловлено образованием  $\gamma'$ -фазы [177]. Стали, не содержащие в своем составе алюминий, например, сталь марки 40ХМФА, не обеспечивают таких высоких значений твердости поверхности (не более 800 HV) [120].

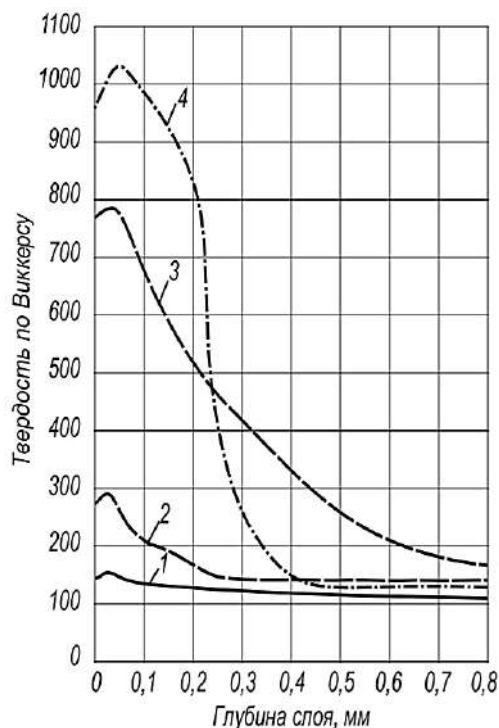


Рисунок 1.34 – Изменение твердости азотированного слоя сталей с различным содержанием Al ( $T=500^{\circ}\text{C}$ ,  $t=96$  ч): 1 – 0,31%, 2 – 0,88%, 3 – 1,8%, 4 – 3,44% [177]

Переходный элемент хром в сталях повышает растворимость азота в  $\alpha$ -фазе и при этом уменьшают коэффициент диффузии азота в феррите вследствие образования на поверхности оксидной пленки  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (при содержании Cr больше 11%) [64].



В работе [63] ионной имплантации азотом при температуре 670К подвергались стали марок 40X и 40X13 с различным содержанием *Cr*. Установлено, что у стали марки 40X13 с высокой концентрацией *Cr* наблюдается уменьшение глубины модифицированного слоя (18-20 мкм), изменение фазового состава ( $\epsilon$ - $(Fe, Cr)_{2-3}N$ ,  $\gamma'$ - $Fe_4N$ ,  $\alpha''$ - $Fe_5N$  и  $\alpha_N$ -азотистый мартенсит) и существенное возрастание микротвердости (12000 МПа), по сравнению со сталью марки 40X.

Работа О.В. Соболева и А.А. Андреева и др. [168] посвящена исследованию высоколегированной стали марки 12X18H10T (*Cr* 17-19 % и *Ni* 9-11 %) и стали марки 30X3BA (*Cr* 2,3-3,7 %) после ИА. В работе установлено, что после имплантации азотом при температуре 520°C и длительности 160 минут в поверхностном слое стали марки 12X18H10T формируются нитриды железа:  $Fe_4N$  с объемным содержанием 55% и  $\epsilon$ -фазы ( $Fe_3N$ ) с объемным содержанием 27%. Также на рентгенограмме было обнаружено присутствие нитрида хрома  $CrN$  с содержанием ~ 18%. Поверхностная твердость при этом составляет 12 ГПа. После ИА у стали марки 30X3BA соотношение фаз составляет 65 об. %  $Fe_4N$  и 35 об. %  $Fe_3N$ . Твердость поверхности составляет 9 ГПа. Таким образом, содержание фазы – нитрида хрома  $CrN$  способствует увеличению микротвердости материала.

В работе [123] было подтверждено, что хром меняет кинетику азотирования и, следовательно, фазовый состав. Установлено, что легирование хромом до 4 % ускоряет формирование нитрида  $\gamma'$ - $Fe_4N$  в сталях, а до 22% – приводит к преимущественному образованию нитрида  $CrN$ .

Повышение концентрации ванадия в стали также способствует увеличению твердости поверхности после азотирования. Так, наименьший уровень твердости в диффузионном слое соответствует стали марки 08X2Г2Ф, легированной 0,15% *V*, а максимальный – стали марки 06X3НФТ с 0,89% *V*, что связано с образованием большой объемной доли нитридных составляющих [201].

Углерод является конкурирующим элементом по отношению к азоту в сталях, поскольку он обладает близким по значению атомным радиусом (атомный радиус азота 0,071 нм, атомный радиус углерода 0,077 нм) и стремится разместиться в тех же порах кристаллической решетки [64].

На рисунке 1.35 показана зависимость глубины азотируемого слоя от содержания углерода.

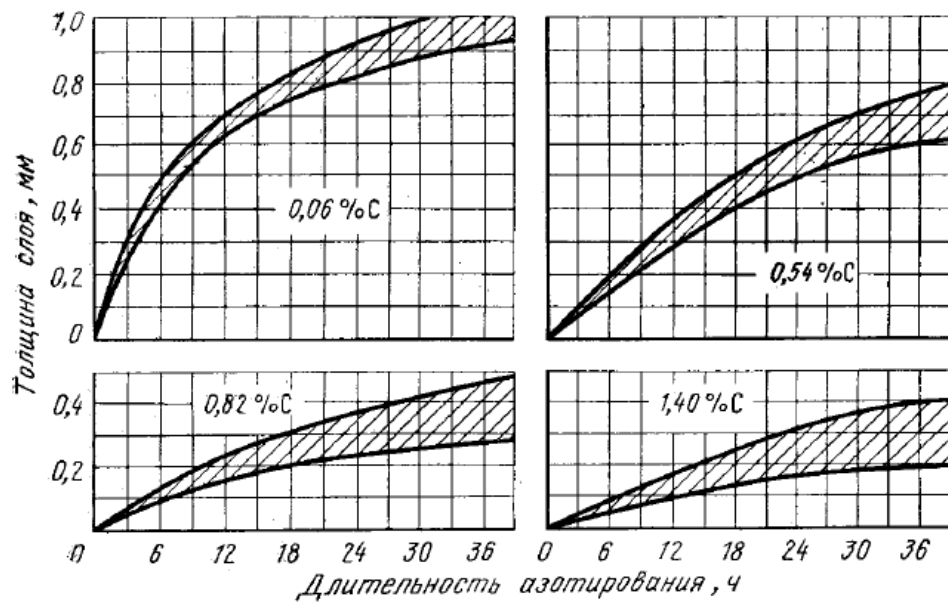


Рисунок 1.35 – Кинетика роста общей толщины слоя в сталях с различным содержанием углерода [122]

По данным графиков видно (рисунок 1.35), что углерод в стали уменьшает диффузионную подвижность азота в  $\alpha$ - и  $\epsilon$ -фазах. В работе [64] установлено, что толщина модифицированного слоя для сталей марок 20X13 и 40X13 составила 10-12 мкм при температуре 670 К и длительности 120 минут, а для стали марки 95X18 с большим содержанием углерода толщина модифицированного слоя несколько уменьшилась и составила около 9 мкм.

Пониженная диффузионная подвижность азота в сталях, вследствие конкурирующего влияния углерода, способствует уменьшению  $\epsilon$ -фазы в сталях марок 40X13 и 95X18 с повышенным содержанием углерода. Так, на рентгеновских дифрактограммах наиболее высокая относительная интенсивность дифракционных линий  $\epsilon$ -нитрида характерна для

имплантированной стали марки 20X13. В сталях с более высоким содержанием углерода (40X13 и 95X18) интенсивность линий  $\varepsilon$ -фазы снижается. Поэтому соотношение интенсивностей линии (100)  $\varepsilon$ -фазы к (110)  $\alpha$ -фазы для сталей марок 20X13, 40X13 и 95X18 соответственно составляет 12, 6 и 2,5% [64].

### **1.3.3. Влияние технологических параметров ионного азотирования на протекание диффузионных процессов в сталях**

На процесс формирования диффузионных слоев при ИА, кроме структурно-фазового и химического состава обрабатываемого материала, существенную роль играют технологические параметры, такие как состав и соотношение плазмообразующего газа, электрические (разность потенциала между электродами, плотность ионного тока и т.д.) и энергетические (температура обработки), а также длительность процесса диффузионного насыщения [56, 82, 100, 122].

В литературных источниках [56, 82, 100, 122] широко представлены результаты исследований влияния температуры обработки при азотировании на параметры упрочненного слоя для различных классов сталей (рисунок 1.36).

Анализ графиков (рисунок 1.36) показывает, что с увеличением температуры процесса азотирования происходит интенсификация диффузионных процессов в материалах. Более низкая скорость диффузионного насыщения у стали марки 13X11N2B2MФ, по сравнению со сталью марки 38X2MЮА, объясняется различным содержанием легирующих элементов в сталях. Так, высокое содержание хрома у стали марки 13X11N2B2MФ с увеличением температуры азотирования приводит к образованию нитридов хрома и дальнейшему затруднению проникновения азота вглубь материала [56].

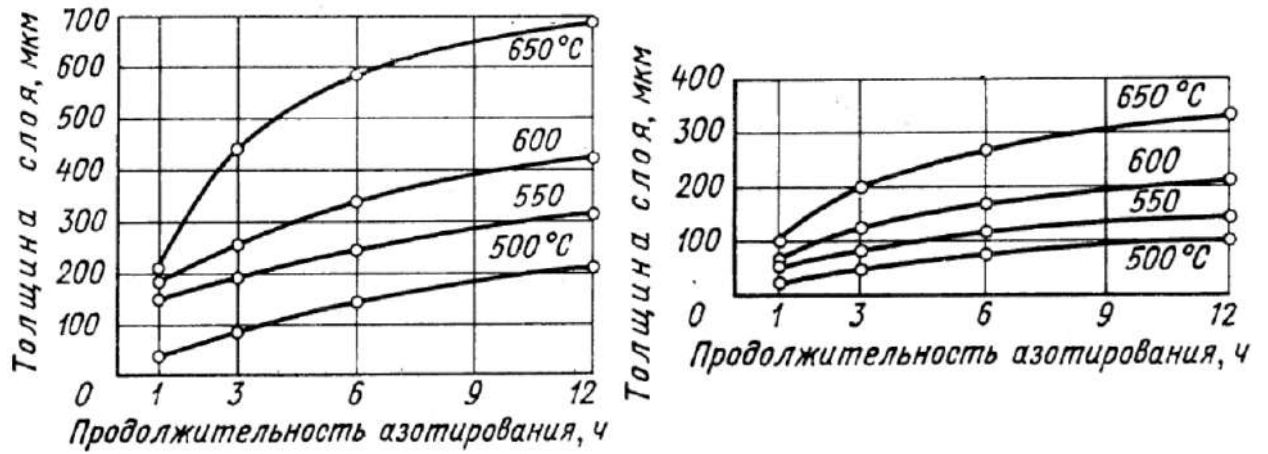


Рисунок 1.36 – Графики изменения толщины упрочненного слоя при различных температурах ИА для сталей марок: а – 38X2MЮА, б – 13X11H2B2MФ [56]

В работе А.А. Андреева [54] приведены результаты исследования влияния температуры азотирования на характер распределения микротвёрдости по толщине упрочненного слоя для быстрорежущей стали марки Р6М5 (рисунок 1.37).

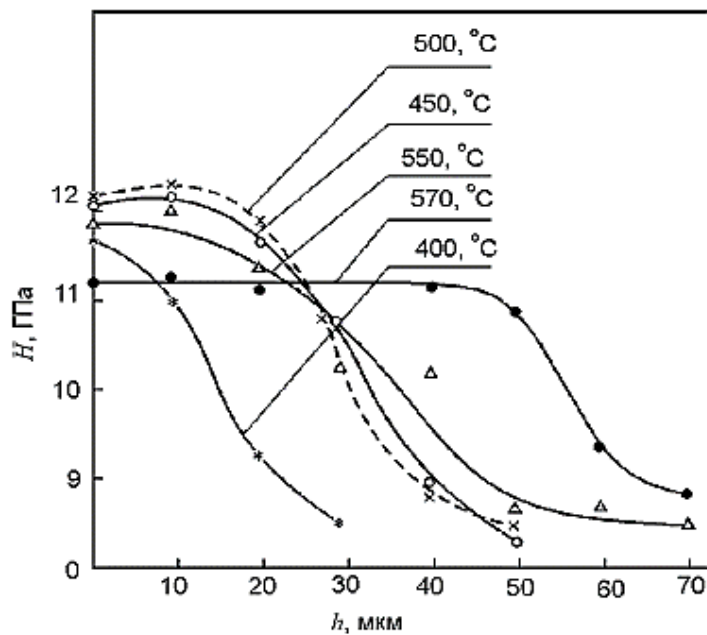


Рисунок 1.37 – Распределение микротвёрдости ( $H$ ) по глубине ( $h$ ) стали марки Р6М5 при различных температурах обработки:  $t=40$  мин;  $P=5 \cdot 10^2$  Па [54]

При азотировании верхний предел температуры процесса ограничивается режимами предшествующей термической обработки. В некоторых случаях, при обработке сложнопрофильных деталей, склонных к короблению, рекомендуется снижать температуру обработки [64, 82]. При азотировании нержавеющей сталей для сохранения коррозионных свойств материала рекомендуется не превышать температуру азотирования 480°C, при которой хром, находящийся в материале в виде твердого раствора в железе, не вступает в химическое соединение с азотом [167].

Скорость роста упрочненного слоя зависит от скорости диффузии в каждой фазе, входящей в структуру азотированного слоя. На рисунке 1.38 представлена зависимость коэффициента диффузии азота от температуры азотирования в  $\alpha$ -,  $\gamma$ -,  $\varepsilon$ - фазах. В работах [56, 122] установлено, что диффузионные процессы интенсивнее всего протекают в  $\alpha$ -фазе, а в  $\varepsilon$ -фазе самая низкая диффузионная подвижность азота.

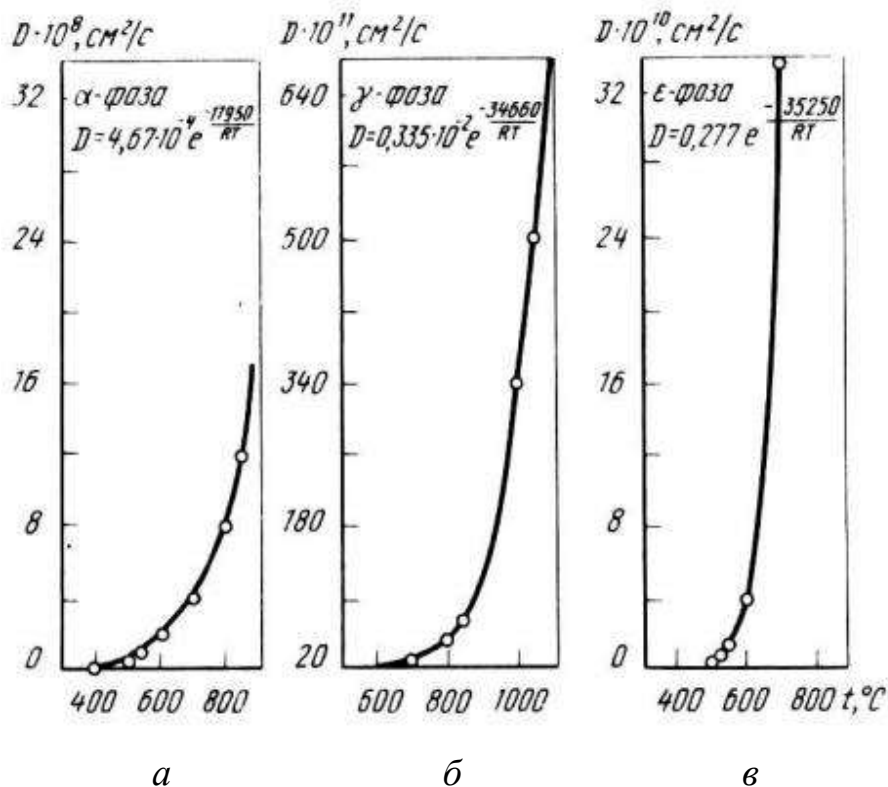


Рисунок 1.38 – Зависимость изменения коэффициента диффузии азота от температуры: а –  $\alpha$ -фаза, б –  $\gamma$ -фаза, в –  $\varepsilon$ -фаза [122]

Влияние температуры на диффузию азота рассмотрено в работе [64]. Ионной обработке подвергались стали марок 20X13, 40X13 и 95X18, низкотемпературная имплантация данных сталей при температуре 610-620К приводит к формированию азотированного слоя толщиной до 10 мкм и микротвердостью 650 кгс/мм<sup>2</sup>. Слой содержит частицы  $\varepsilon$ - нитридной фазы  $(Fe, Cr)_{2-3}N$ , а также легированную азотом мартенситную фазу  $\alpha_N$ . У стали марки 95X18 в азотированном слое также обнаруживается присутствие частиц  $Cr_{23}C_6$  и остаточного аустенита. Увеличение температуры азотирования до 640К увеличивает толщину азотированного слоя до 10-12 мкм, микротвердость поверхностного слоя также возрастает до 1050 кгс/мм<sup>2</sup>, 1000 кгс/мм<sup>2</sup> и 900 кгс/мм<sup>2</sup> для сталей марок 20X13, 40X13 и 95X18 соответственно. Фазовый состав азотированного слоя сталей соответствует составу поверхностей после обработки при 620К. Азотирование при 670К приводит к образованию азотированных слоев толщиной 10-15 мкм. Микротвердость слоя для стали марки 20X13 составляет 1050 кгс/мм<sup>2</sup>, для стали марки 40X13 – 1200 кгс/мм<sup>2</sup> и для стали марки 95X18 – 1350 кгс/мм<sup>2</sup>. Фазовый состав представлен азотистым мартенситом,  $\varepsilon$ - и  $\gamma'$ - нитридами. У стали марки 95X18 обнаружено образование частиц  $CrN$ . Высокотемпературная имплантация азотом при 720К приводит к наибольшей толщине азотированного слоя до 15-20 мкм. Однако несколько уменьшается микротвердость слоя и составляет для сталей марок 20X13, 40X13 и 95X18 соответственно 1100, 1100 и 1250 кгс/мм<sup>2</sup>. По данным результатам видно, что повышение температуры азотирования способствует увеличению глубины азотированного слоя, но при этом снижается микротвердость поверхностного слоя [64].

С увеличением температуры процесса азотирования быстрорежущей стали происходит увеличение толщины диффузионной зоны. При увеличении температуры обработки свыше 500 °С наблюдается значительное падение поверхностной микротвердости из-за распада  $\varepsilon$ -фазы и процессов коагуляции мелкодисперсных нитридных фаз [54].

В работе [168] исследовано влияние температуры азотирования на фазовый состав среднелегированной стали марки 30X3BA. При температуре азотирования  $520^{\circ}\text{C}$  в течение 120 мин соотношение фаз составляет 65 %  $Fe_4N$  и 35 %  $Fe_3N$ , и изменяется до 30 %  $Fe_4N$  и 70 %  $Fe_3N$  при температуре ИА  $530^{\circ}\text{C}$  и длительности процесса насыщения 270 мин.

При ИА высоколегированной стали марки 12X18H10T, при температуре  $T=520^{\circ}\text{C}$  и длительности процесса 160 мин формируются нитриды железа  $Fe_4N$  с объемным содержанием  $\sim 55\%$ , и  $\varepsilon$ -фаза в виде  $Fe_3N$  с объемным содержанием  $\sim 27\%$ , а также нитрид хрома  $CrN$  с содержанием  $\sim 18\%$ . При увеличении температуры азотирования до  $530^{\circ}\text{C}$  и длительности процесса до 270 мин увеличивается количество  $CrN$  и  $\varepsilon$ - $Fe_3N$  фаз [168].

В работе [100] представлены результаты исследований влияния кислорода и аргона в рабочей атмосфере на толщину упрочненного слоя при ИА в безводородной среде (рисунок 1.39, 1.40).

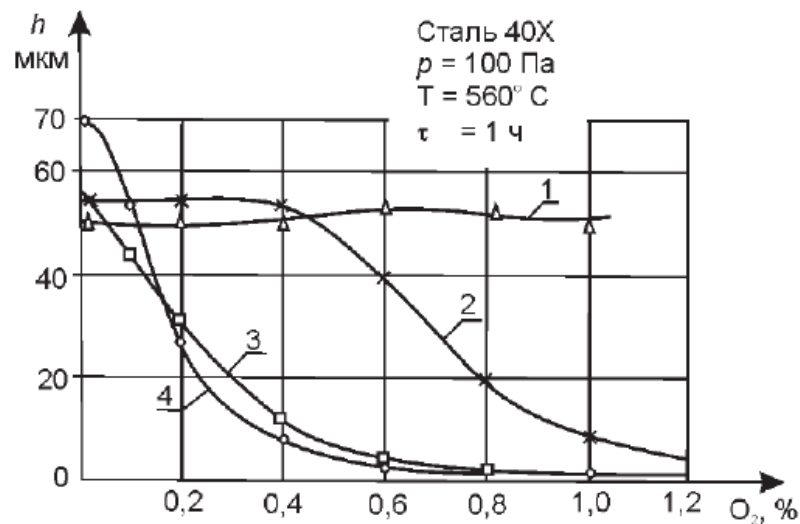


Рисунок 1.39 – Зависимость толщины азотированного слоя при ионном азотировании стали марки 40X от содержания кислорода в различных насыщающих средах: 1 –  $NH_3$ ; 2 – 99 %  $N_2$ +1%  $H_2$ ; 3 – 100%  $N_2$ ; 4 – 75%  $N_2$ +25%  $Ar$  [100]

Результаты исследования (рисунок 1.39) показывают, что присутствие кислорода в рабочей атмосфере существенно меняет кинетику процесса диффузионного насыщения и, при его содержании в количестве 1 %, прекращает диффузионный процесс. Поэтому при проведении процесса азотирования в безводородных средах рекомендуется добавление водорода до 1% в рабочую газовую атмосферу [100].

Также установлено, что аргон оказывает значительное влияние на глубину упрочненного слоя при ИА (рисунок 1.40).

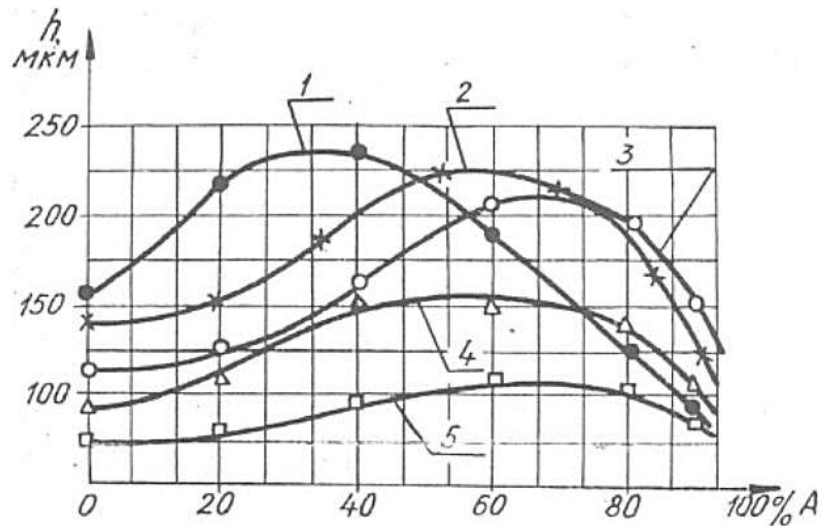


Рисунок 1.40 – Влияние Ar в газовой атмосфере при ИА на толщину упрочненного слоя при  $T=520\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $t=4\text{ ч}$ : 1 – ст. 20, 2 – 40X, 3 – 38ХМЮА, 4 – ст. 45, 5 – Р6М5 [100]

Анализ результатов исследований (рисунок 1.40) показывает, что для каждой марки стали соответствует оптимальная концентрация аргона в газовой смеси, обеспечивающая максимальную толщину упрочненного слоя вследствие активного распыления поверхности материала и наведения на ней структурного несовершенства. Дальнейшее увеличение содержания аргона в смеси рабочего газа снижает эффективность процесса азотирования из-за уменьшения азотного потенциала [100].



#### **1.4 Особенности моделирования диффузионных процессов в конструкционных материалах**

Большой вклад в развитие ХТО в нашей стране внесла научная школа Ю.М. Лахтина, занимающаяся передовыми исследованиями и технологиями термохимической обработки деталей машин и инструментов, используемых в различных областях машиностроения на заре XX и XXI веков. Исследования проводились в лабораториях кафедры металловедения и термической обработки Московского автомобильно-дорожного института (МАДИ). Школа Ю.М. Лахтина была представлена не только многочисленными учениками из бывших республик Советского Союза (Россия, Беларусь, Украина, Казахстан, Узбекистан и т.д.), но и специалистами из других стран (Болгария, Румыния, Польша, Китай, Египет, Ирак, Ливан и др.) [106, 142, 143, 144].

Первая математическая модель процесса диффузионного насыщения сталей азотом была построена Фроловой Л.П. и Булгачом А.А. под руководством Ю.М. Лахтина в 1978 году [143, 144], которая создала предпосылки для дальнейшей автоматизации процессов ХТО.

Основной целью моделирования является исследование, установление закономерностей и предсказание результатов процесса азотирования с помощью модели [176]. В настоящее время моделирование процесса азотирования развивается по следующим направлениям: аналитическому, численному и эмпирическому [107].

Численный метод расчета, используемый для решения математической модели, позволяет решать задачи многофазной диффузии, в соответствии с которой при диффузионном насыщении азотом на поверхности металла последовательно возникают фазы, определяемые равновесной диаграммой состояния железо – азот (рисунок 1.41).

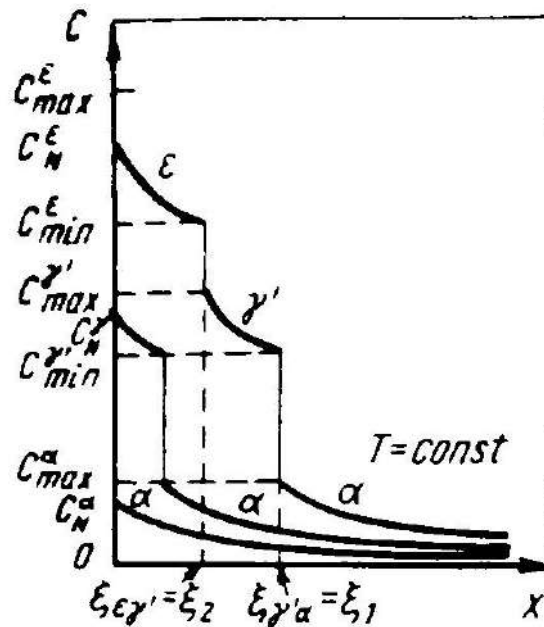


Рисунок 1.41 – Механизм формирования многофазного диффузионного слоя

Общее уравнение для определения  $i$ -ой фазы имеет вид:

$$\pi_N^i = \frac{A_i(T)c_N^i + B_i(T)}{mc_{max}^i - c_N^i}, \quad (1.1)$$

где  $m=1$  для фазы с максимальной растворимостью азота,  $m > 1$  для промежуточных фаз;

$A_i(T)$ ,  $B_i(T)$  – коэффициенты, зависящие только от температуры;

$c_{max}^i$  – максимальная растворимость азота в  $i$ -ой фазе.

На рисунке 1.42 показана рассчитанная по уравнению (1.1) с использованием экспериментальных данных зависимость равновесного потенциала от содержания азота в фазах диффузионного слоя на техническом железе при газовом азотировании в аммиаке.

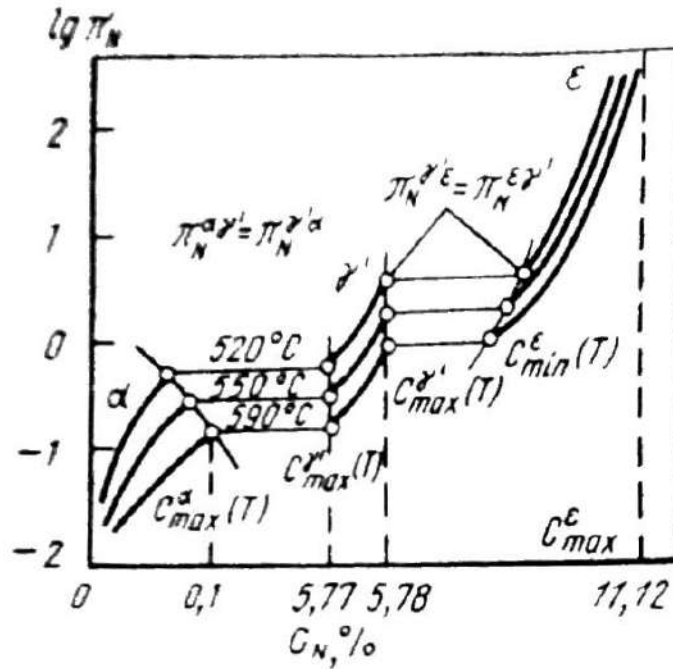


Рисунок 1.42 – Зависимость равновесного азотного потенциала  $\pi_N$  от концентрации азота  $C_N$  при различных температурах на техническом железе

Кинетический коэффициент  $\beta_i$  зависит от многих факторов и в первом приближении принимается для всех фаз равным коэффициенту массопереноса для  $\alpha$ -фазы, определенному по формуле Аррениуса:

$$\beta_i = K_i \cdot \exp\left(-\frac{A_i}{T}\right), \quad (1.2)$$

где  $K_i$ ,  $A_i$  – коэффициенты, рассчитываемые по экспериментальным данным по массопереносу.

Согласно закону Фика, уравнение диффузии в каждой фазе:

$$\frac{\partial C(x, \tau)}{\partial \tau} = D_i(\tau) \frac{\partial^2 C(x, \tau)}{\partial x^2}, \quad (1.3)$$

где  $D_i$  – коэффициент диффузии азота в  $i$ -ой фазе;

$C$  – концентрация азота в точке  $x$  в момент времени  $\tau$ .

Для описания движения межфазных границ при многофазной диффузии исследователями [84, 112] применяется известная термодинамическая модель Стефана (закон баланса вещества на межфазной границе):

$$\frac{\partial \xi_i}{\partial \tau} = \frac{D_{i+1} \left. \frac{\partial c}{\partial x} \right|_{x=\xi_i^+} - D_i \left. \frac{\partial c}{\partial x} \right|_{x=\xi_i^-}}{c_i^+ - c_i^-}, \quad (1.4)$$

где  $\frac{\partial \xi_i}{\partial \tau}$  - скорость движения  $i$ -той границы;

$D_i$  - скорость движения  $i$ -той границы;

$c_i^+$ ,  $c_i^-$ ; - предельные растворимости азота в фазах (слева (-) и справа (+) от  $i$  границы),  $i=1, 2, \dots, m$ .

В работе [122] были определены коэффициенты диффузии азота в различных фазах и представлены их соотношения в виде зависимостей:

при  $t < 590^\circ\text{C}$

$$D_N^\alpha > D_N^{\gamma'} > D_N^\varepsilon, \quad (1.5)$$

при  $t > 590^\circ\text{C}$

$$D_N^\alpha > D_N^{\gamma'} > D_N^\varepsilon > D_N^\gamma, \quad (1.6)$$

Результаты исследований, проведенных школой Ю.М. Лахтина, получили определенное развитие в одной из школ Германии под руководством профессора Х.-Й. Шписа. Была разработана модель расчета распределения  $N$  в азотированных сплавах на основе  $Fe$ . Установлены линейные многофакторные регрессионные уравнения для расчета поверхностной твердости и ее распределения по толщине слоя в высоколегированных сталях после жидкостного и газового азотирования [143, 145].

В позиции моделирования кинетики роста слоев нитридных фаз на ряде низколегированных ферритно-перлитных сталей и прогнозирования свойств обработанных деталей важное практическое место имеет статическая обработка результатов азотирования с использованием температурно-временного параметра Холломона-Джеффа, позволяющая надежно управлять ходом процесса и прогнозировать результаты обработки.

Численное решение диффузионной задачи может быть представлено методом конечных разностей. Суть метода в том, что необходимо разбить среду на ряд участков и записать элементарные уравнения для каждого участка

относительно значений искомой функции. Поэтому, путем создания специально подобранной сетки, можно перейти к системе обычных уравнений. По полученному набору решений строят графики и таблицы. Данный численный метод был использован в работе Чичко А.Н. при разработке математической модели процесса цементации стали марки 20ХНЗА, что позволило моделировать распределение углерода в трехмерных объектах и дало возможность прогнозировать глубину цементируемого слоя [188].

В работах [7, 8] было смоделировано распределение концентрации азота в условиях низкотемпературного азотирования нержавеющей стали. Математическая модель, учитывающая реакции, происходящие во время азотирования, основанная на численном методе конечных разностей, описана в работе [41]. Эта модель построена на предположении, что локальное равновесие на границе раздела фаз сохраняется в течение азотирования. На рисунке 1.43 приведены расчетные и экспериментальные кривые распределения азота по глубине диффузионного слоя при ИА.

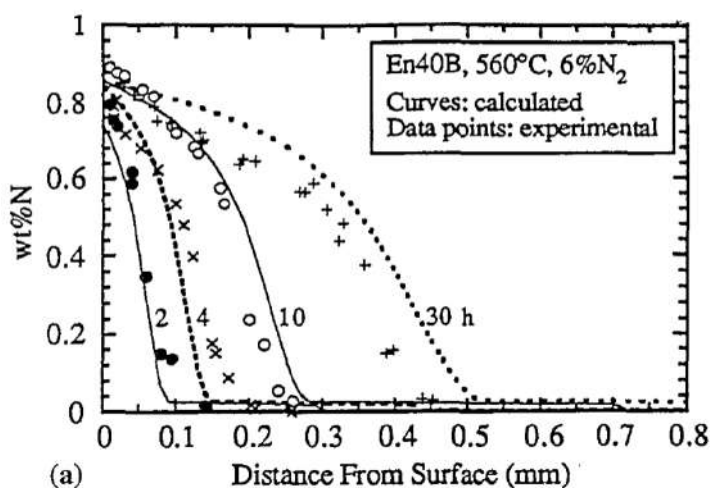


Рисунок 1.43 – Расчетные и экспериментальные кривые распределения азота по глубине диффузионного слоя при ИА [41]

Базовым методом численных расчетов для моделирования физических процессов является МКЭ, основанный на разбиении исходной области на элементы (треугольники или четырехугольники), которыми осуществляется

аппроксимация решения. Данный метод использовался в работе [11] для исследования эволюции микроструктуры после имплантации азотом, распределении концентрации азота и его зависимость от параметров азотирования (рисунок 1.44). В работе [42] моделирование процесса азотирования МКЭ дает возможность описать изменение азотированной структуры под влиянием параметров процесса.

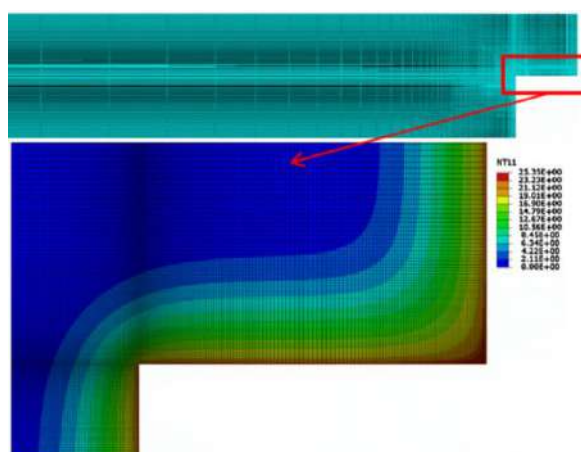


Рисунок 1.44 – Влияние конфигурации детали на равномерность толщины диффузионного слоя

Для решения описанных задач применяют также численные методы Монте-Карло [122].

Учеными из Российского университета транспорта (МИИТ), в частности М.Г. Круковичем, проведено математическое моделирование толщины слоя и распределения твердости при азотировании сталей для различных условий обработки (азотирование из расплавов, порошковой и газовой сред, ИА) [107, 108, 109, 110, 111, 112, 113].

Расчет толщины азотированного слоя  $y$  в модели предлагается проводить по эмпирической формуле:

$$y = D\sqrt{\tau} \quad (1.7)$$

где  $D$  – кинетический коэффициент, учитывающий коэффициент диффузии;

$\tau$  – продолжительность азотирования.

На рисунке 1.45 представлены зависимости изменения кинетического коэффициента в течение процесса диффузионного насыщения в зависимости от применяемого вида азотирования, состава рабочего газа или насыщающей среды, а также от фазового состава материала.

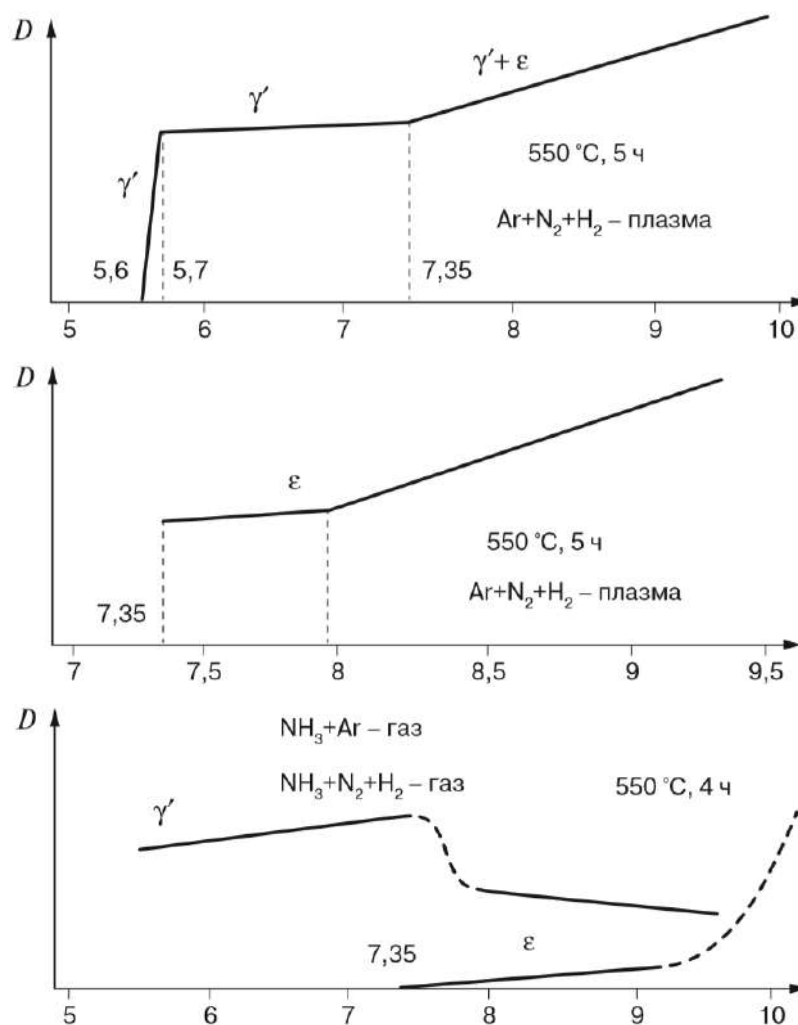


Рисунок 1.45 – Изменение кинетического коэффициента в зависимости от вида азотирования, состава насыщающей среды и фазового состава материала

Также получены качественные соотношения кинетических коэффициентов для технического железа в зависимости от применяемого вида азотирования [108, 109]:

$$D_{\text{ж}} > D_{\text{ион}} > D_{\text{тв}} > D_{\text{газ}}. \quad (1.8)$$

На рисунке 1.46 приведены зависимости изменения кинетического коэффициента  $\alpha$ -твердого раствора от вида насыщающей среды.

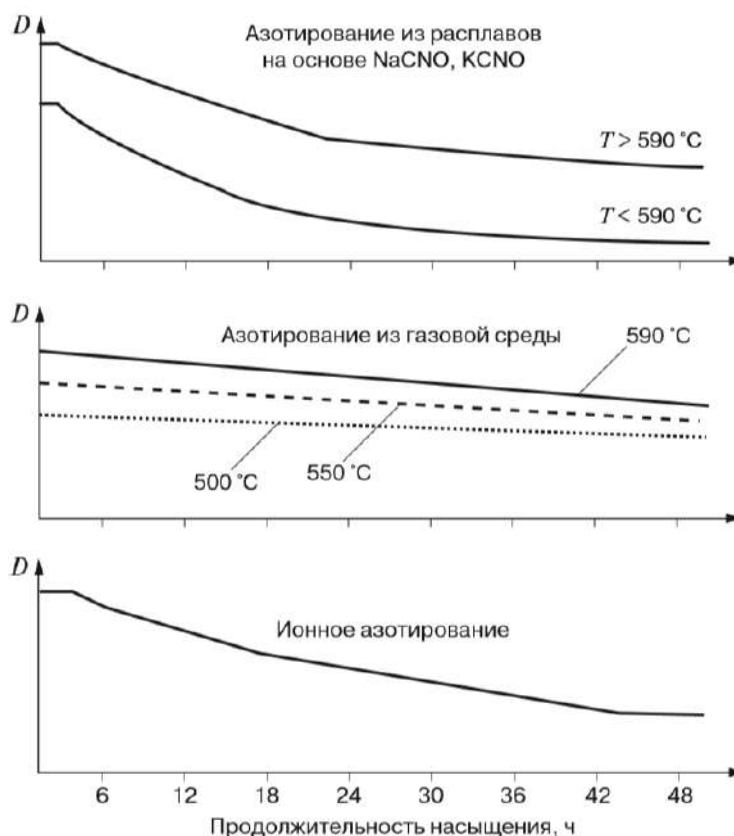


Рисунок 1.46 – Изменение кинетического коэффициента роста  $\alpha$ -фазы в зависимости от метода азотирования

Получены уравнения изменения кинетического коэффициента ( $D_{\alpha}^{\tau}$ , %) роста  $\alpha$ -слоя от продолжительности процесса ( $\tau$ ) при температурах  $< 590^{\circ}\text{C}$  при азотировании технического железа, которые определяются:

- при ионном азотировании

$$D_{\alpha}^{\tau} = -0,476\tau^3 + 0,8352\tau^2 - 5,5378\tau + 104,43; R^2 = 0,995; \quad (1.9)$$

- при газовом азотировании

$$D_{\alpha}^{\tau} = -0,007\tau^2 - 0,2718\tau + 99,729; R^2 = 0,9968; \quad (1.10)$$

- при азотировании в расплавах солей

$$D_{\alpha}^{\tau} = -4,8188\tau + 102,75; R^2 = 0,9898 \quad (1.11)$$

М.Г. Круковичем совместно с учеными из МГТУ им. Н.Э. Баумана и МГУ им. М.В. Ломоносова [108, 111] были получены формулы для расчета толщины  $\alpha$ -фазы при ИА сталей марок 38X2МЮА и 30X3ВА в водородсодержащей среде, в интервале температур ( $x_1$ )  $500\text{-}590^{\circ}\text{C}$  и продолжительности процесса ( $x_2$ ) 1-11 часов:



- для стали марки 38X2МЮА

$$y_1 = 193,75 + 81,25x_1 + 96,25x_2 + 8,75x_1x_2; \quad (1.12)$$

- для стали марки 30X3ВА

$$y_2 = 181,25 + 73,75x_1 + 93,75x_2 + 11,25x_1x_2. \quad (1.13)$$

Известно, что легирующие вещества, содержащиеся в сталях, замедляют диффузионные процессы. С целью прогнозирования толщины  $\alpha$ -твердого раствора в зависимости от содержания легирующих элементов, в частности *Cr* и *Mn* в отдельности ( $x$ ), были получены формулы:

$$Cr: y_\alpha = 0,1779x^4 - 2,5888x^3 + 16,366x^2 - 94,511x + 609,62 \quad (1.14)$$

$$Mn: y_\alpha = -0,4476x^3 + 9,2311x^2 - 75,152x + 603,39 \quad (1.15)$$

Погрешность расчета толщины  $\alpha$ -фазы в зависимости от содержания легирующих элементов по разработанной методике составляет менее 7%.

Учеными из Рыбинской государственной авиационной технологической академии имени П.М. Соловьева [92, 178] на основании статистического анализа были получены многофакторные регрессионные уравнения линейного и нелинейного типов зависимости толщины и твердости азотированного слоя от содержания легирующих элементов (*W*, *Ni*, *Mn*, *Si*, *Cr*, *Al*, *V*, *Ti*) и построены контурные графики (рисунок 1.47) для стали марки 38X2МЮА в зависимости от массовой доли *Cr* и *Al*.

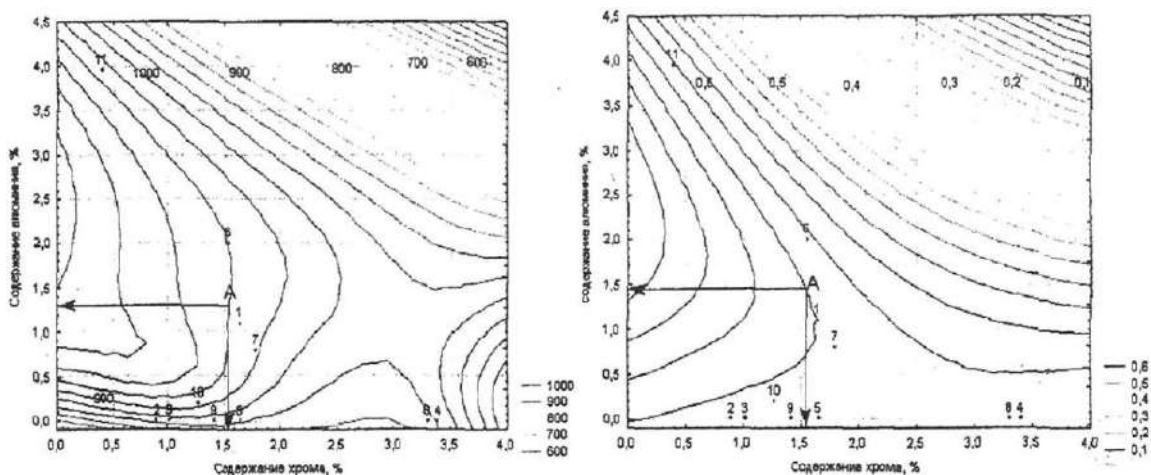


Рисунок 1.47 – Контурные графики твердости *HV* и толщины *h* азотированного слоя стали марки 38X2МЮА в зависимости от массовой доли хрома и алюминия [92]

На рисунках 1.48 и 1.49 приведены расчетные и экспериментальные графики распределения азота по толщине нитридного слоя и зоны внутреннего азотирования для стали марки 18X2H4MA [178].

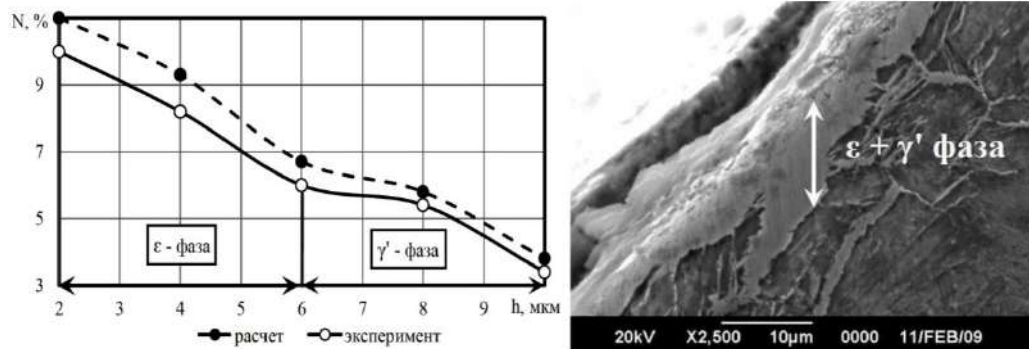


Рисунок 1.48 – График распределения азота по толщине нитридного слоя [178]

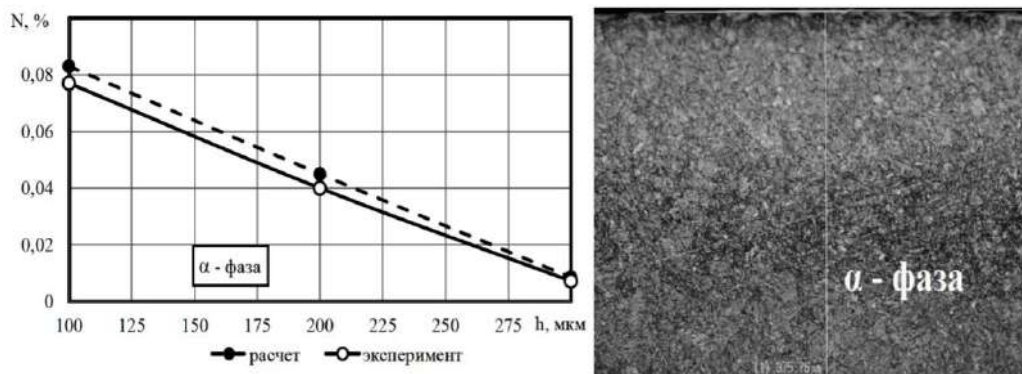


Рисунок 1.49 – График распределения азота по глубине зоны внутреннего азотирования [178]

Сравнение расчетных и экспериментальных данных показало, что суммарная погрешность определения концентрации азота по толщине слоя составляет  $\sim 13\%$ , что приемлемо и может быть использовано в производственной практике [92, 178].

В работе [121] применялось математическое моделирование для построения трехмерных графиков изменения поверхностной твердости и глубины азотирования в зависимости от температуры и длительности обработки при ИА стали марки 38X2MЮА. Полученная модель позволяет получить значение твердости азотированного материала и толщины упрочненного слоя в интервале температур  $500-560^{\circ}\text{C}$  и длительности обработки до 12 ч.

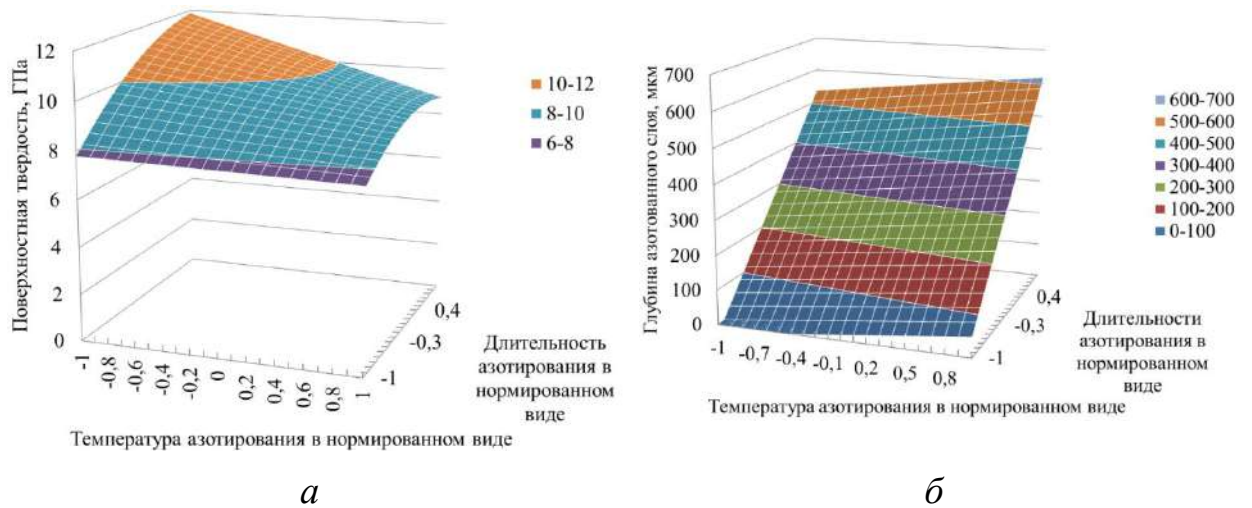


Рисунок 1.50 – Расчетные графики изменения поверхностной твердости материала (а) и глубины азотированного слоя (б) в зависимости от температуры и продолжительности обработки стали марки 38X2MЮА [121]

Учеными из Московского автомобильно-дорожного государственного технического университета О.В. Чудиной и Л.Г. Петровой были проведены исследования по прогнозированию твердости бинарных сплавов на основе железа с  $Cr$ ,  $V$ ,  $Mo$ ,  $W$ ,  $Ti$  и др. после упрочнения, которые имеют более высокое сродство к азоту, чем основной металл сплава [145, 147, 148, 189].

В работах [145, 147, 148, 189] установлено, что легирующие элементы ( $Cr$ ,  $V$ ,  $Mo$ ,  $W$ ,  $Ti$ ) существенно повышают эффективность твердорастворного упрочнения азотом за счет повышенного растворения азота в железе. А увеличение твердости до максимального уровня может произойти в результате образования когерентных нитридных частиц легирующих элементов, в первую очередь  $Ti$ ,  $Cr$  и  $V$ .

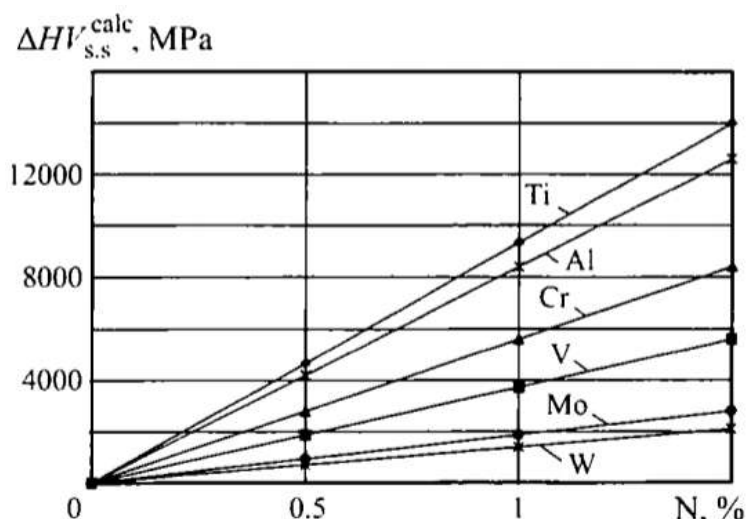


Рисунок 1.51 – Расчетные зависимости роста твердости от концентрации азота для бинарных сплавов железа с *Ti*, *Al*, *Cr*, *V*, *Mo* и *W* [145]

В таблице 1.1 приведены расчетные и экспериментальные данные роста твердости в результате твердорастворного упрочнения азотом бинарных сплавов на основе железа.

Таблица 1.1 – Сравнительная таблица расчетных и экспериментальных данных роста твердости после твердорастворного упрочнения азотом

Alloy	Calculation			Experiment			
	AE, %	[N] <sup>*</sup> , %	$\Delta HV_{s.s}^{calc}$ , MPa	AE, %	$HV_{LSI}$ , MPa	$HV_N$ , MPa	$\Delta HV_{s.s}^{exp}$ , MPa
Fe – Cr	13	1.9	10,650	13.0	6100	15,900	9800
Fe – V	8	3.0	11,210	8.0	6200	18,100	11,900
Fe – Mo	6.5	0.73	1360	7.0	9800	11,900	2100
Fe – W	4.5	0.34	480	5.0	8500	10,100	1600

Предложенный авторами [145, 147, 148, 189] метод может быть использован для оптимизации химического состава сталей, подвергаемых азотированию, с точки зрения количества и типа нитридообразующего элемента с целью обеспечения или оптимизации механических свойств, в частности уровня твердости.

В работе авторов [169] из Института машиноведения Уральского отделения Российской академии наук рассматриваются математические

модели процесса диффузионного насыщения при ионном азотировании стали марки 12X18H10T в плазме электронного пучка, учитывающие зависимости коэффициента диффузии от концентрации и влияния внутренних напряжений, которые возникают при обработке.

В разработанной модели процесс диффузии газа описывается дифференциальным уравнением диффузии Фика, который после подстановки соотношения Эйнштейна-Смолуховского, учитывающее зависимость коэффициента диффузии от концентрации, принимает вид:

$$\frac{\partial c(x,t)}{\partial t} = \frac{\alpha}{c} \frac{\partial^2 c(x,t)}{\partial x^2} - \frac{\alpha}{c^2} \left( \frac{\partial c(x,t)}{\partial x} \right)^2. \quad (1.16)$$

Уравнение диффузии учитывающее линейную зависимость внутренних напряжений в аустенитной нержавеющей стали от концентрации, приобретает вид:

$$\frac{\partial c(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c(x,t)}{\partial x^2} + X \frac{DV_N}{RT} \left( \frac{\partial c(x,t)}{\partial x} \right)^2. \quad (1.17)$$

В результате расчетов получены теоретические зависимости влияния длительности низкотемпературного ИА на распределение концентрации по глубине диффузионного слоя при постоянном коэффициенте диффузии (рисунок 1.52, а) и с учетом внутренних напряжений (рисунок 1.52, б). Сравнительный анализ полученных результатов показал, что возникающие в материале внутренние напряжения оказывают благоприятное воздействие на диффузионные процессы при низкотемпературном ИА [169].

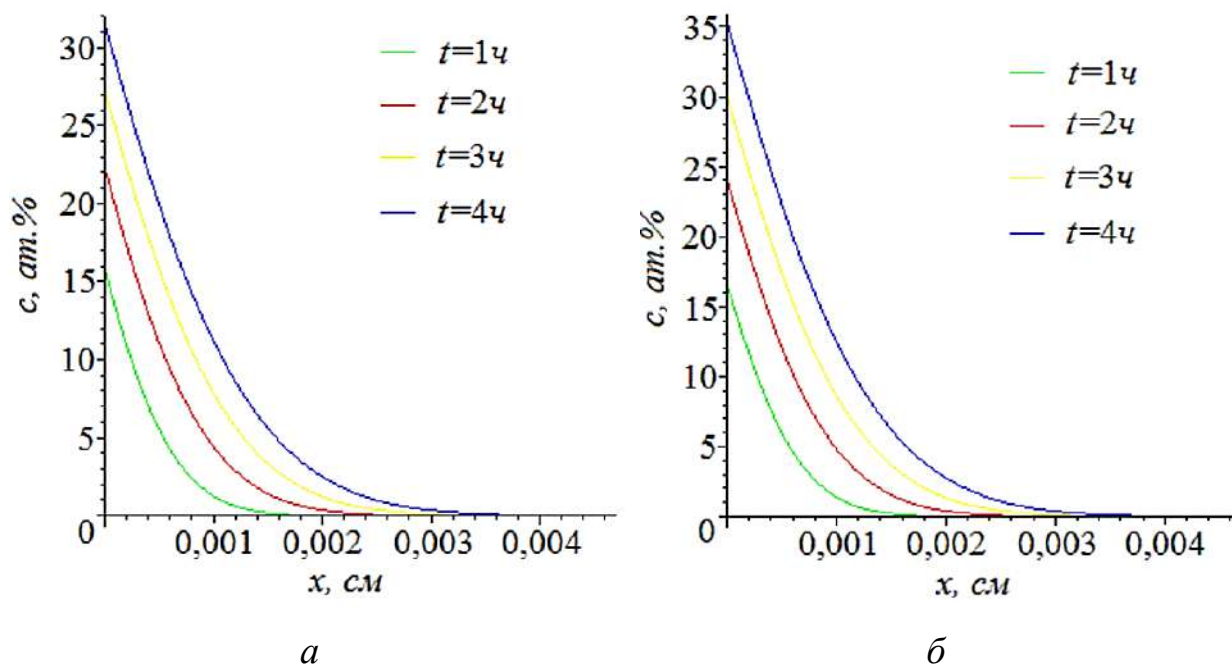


Рисунок 1.52 – Распределение концентрации азота по глубине диффузионного слоя при постоянном коэффициенте диффузии (а) и с учетом внутренних напряжений (б) [169]

Таким образом, литературный анализ показал, что моделирование диффузионных процессов при ХТО, в частности азотировании позволяет проводить теоретические исследования диффузионных процессов, назначать оптимальные технологические режимы, прогнозировать результаты обработки и ускорять процесс освоения производством новых изделий за сравнительно короткое время без дополнительных натурных испытаний. Следует отметить, что требуется дополнительное теоретическое изучение новых современных способов, позволяющих проводить локальную интенсификацию процесса диффузионного насыщения.

### Выводы по главе 1

1. Анализ литературных источников показал, что современные возросшие требования к условиям эксплуатации, а также сложность конструкции проектируемых деталей машин и механизмов, создают необходимость внесения изменений в традиционные методы упрочнения поверхности

изделий машиностроения. Одним из самых распространённых методов получения неоднородной гетерогенной структуры в конструкционных материалах является ТО, однако не всегда данный метод может обеспечить повышенные физико-механические и эксплуатационные свойства поверхности деталей, а методы поверхностного легирования являются дорогостоящими и нетехнологичными. В связи с этим наиболее эффективным методом получения поверхностных упрочнённых гетерогенных структур является ХТО, в частности, азотирование.

2. Анализ показал, что процесс ИА является длительным, и в настоящее время разработано множество способов интенсификации данного метода обработки, особенно представляют интерес способы, позволяющие проводить локальную упрочняющую обработку путем дополнительной ионизации рабочего газа, например, применением ПК, МП.
3. Анализ показал, что повысить эффективность процесса ИА можно путем оптимизации технологических режимов процесса, а также предварительным изменением структуры обрабатываемого материала путем деформационного измельчения.
4. Анализ показал, что для ускорения процесса освоения производством новых изделий и материалов, а также назначения оптимальных технологических режимов процесса азотирования без дополнительных натурных испытаний, применяются различные методы моделирования процесса диффузионного насыщения при азотировании.



## 2. ОБЪЕКТ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1 Научная гипотеза, объект исследований и исследуемые материалы

В рамках диссертационной работы выдвинута научная гипотеза (рисунок 2.1) о возможности формирования упрочненных диффузионных слоев различной глубины за один цикл обработки при ИА за счет комбинирования классического процесса ИА с известными методами интенсификации процесса ИА (деформационного измельчения структуры основы материала методами пластической деформации, применения полого катода или магнитного поля).

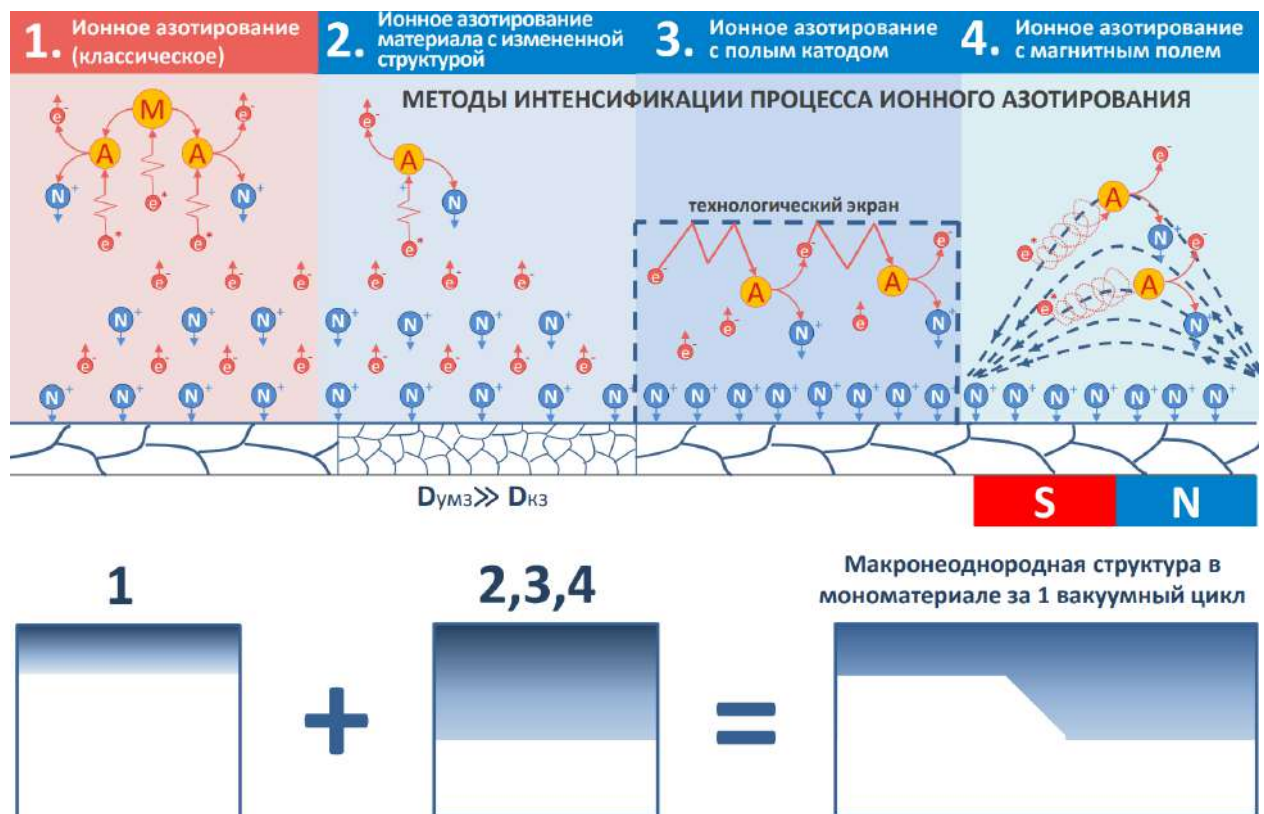


Рисунок 2.1 – Иллюстрация научной гипотезы

В данной диссертационной работе объектом исследований являются диффузионные процессы при локальном ионном азотировании (ЛИА). В



работе исследовалось влияние регулируемых технологических параметров ЛИА на изменение микроструктуры и фазового состава диффузионного слоя, на степень поверхностного упрочнения и характер распределения микротвердости по глубине упрочненного слоя, а также на износостойкость исследуемых материалов.

Для исследования были выбраны азотируемые стали мартенситного (16Х3НВФМБ-Ш, 13Х11Н2В2МФ-Ш), аустенитного (12Х18Н10Т), перлитного (38Х2МЮА) и ледебуритного (Р6М5) классов.

Так, мартенситностареющая комплексно-легированная теплостойкая сталь марки 16Х3НВФМБ-Ш (ДИЗ9-Ш, ВКС-5) нашла широкое применение для деталей авиастроения работающих в высоконагруженных парах трения, таких как шестерни, втулки и т.д. Наличие у стали легирующих карбидообразующих и нитридообразующих элементов *Cr*, *W*, *Mo* позволяет подвергать ее ХТО: цементации и азотированию.

Сложнолегированная конструкционная сталь перлитного класса марки 38ХМЮА создана специально для азотирования и применяется для изготовления деталей машин и механизмов, работающих в условиях трения таких как зубчатые колеса, валы, гильзы, шпиндели и т.д.

Коррозионностойкая жаропрочная сталь марки 13Х11Н2В2МФ-Ш (ЭИ961-Ш) применяется для изготовления нагруженных ответственных деталей газотурбинных двигателей, работающих длительное время при температурах до 600 °С, таких как диски компрессора, лопатки, кольца и т.д.

Сталь аустенитного класса марки 12Х18Н10Т обладает хорошими коррозионными свойствами, однако невысокие механические свойства ограничивают ее применение для изготовления нагруженных деталей. Сталь марки 12Х18Н10Т из-за высокого содержания легирующего компонента *Cr*, считается трудноазотируемой, при этом азотирование данной стали при высоких температурах от 550 °С ухудшает ее коррозионную стойкость вследствие образования химических соединений с *Cr*, который в стали был в виде твердого раствора.

Инструментальная быстрорежущая сталь марки Р6М5 с содержанием 6% вольфрама и 5% молибдена и других легирующих элементов применяется для изготовления металлообрабатывающего инструмента и штамповой оснастки. Особенностью стали является сохранение твердости и режущей способности при длительных температурных воздействиях до 600 °С. Недостатком стали является структурная неоднородность в виде карбидных полос, вызванная особенностями получения заготовок из данной стали.

Все исследуемые стали для обеспечения заданного уровня комплекса физико-механических свойств основы материала перед процессом ЛИА были подвергнуты ТО. Режимы ТО исследуемых сталей приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Режимы ТО исследуемых сталей

Марка стали	Режимы ТО
16Х3НВФМБ-Ш (ТУ 14-1-3242-81)	Закалка с 930°С и высокий отпуск при 600°С
13Х11Н2В2МФ-Ш (ГОСТ 5632-2014)	Закалка с 1050 °С (выдержка 1 ч, охлаждение в масло) и высокий отпуск при 800 °С
38ХМЮА (ГОСТ 4543-2016)	Закалка с 950°С и высокий отпуск при 600°С
12Х18Н10Т (ГОСТ 5632-2014)	Закалка с 1050°С (выдержка в течение 1 ч с охлаждением в воду)
Р 6 М 5 (ГОСТ 19265-73)	Закалка с 1220°С и 3- кратный отпуск при 560°С с выдержкой в течение 10 мин

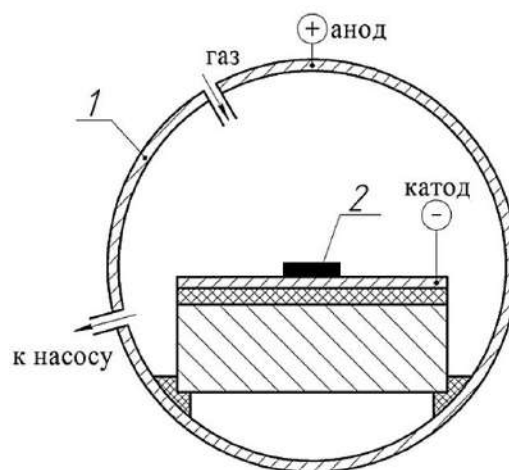
## 2.2 Описание модернизированной установки ЭЛУ-5 для локального ионного азотирования сталей

Для реализации предложенной технологии ЛИА была модернизирована вакуумная установка ЭЛУ-5 для проведения ТО и ХТО, ранее использованная для электронно-лучевой обработки. Модернизация установки состояла в замене источников питания, модернизации системы подготовки многокомпонентного рабочего газа, разработке новой системы управления, усовершенствовании системы охлаждения, а также изменении конструктивных элементов установки, связанной с проектированием и установкой вакуумных вводов, электродов и диэлектрических экранов.

Общий вид и упрощенная схема установки для ИА в ТР (рисунок 2.2).



*а*



*б*

Рисунок 2.2 – Общий вид (а) и упрощенная схема (б) установки для ИА в ТР

Одними из важных параметров процесса ИА являются электрические характеристики при которых производится обработка. С этой целью установка для ИА была оснащена источником питания постоянного напряжения с мощностью до 15 кВт и возможностью проведения процесса упрочнения при высоких напряжениях до 1000 В и силы тока до 15 А.

Для подготовки и контроля состава многокомпонентной газовой среды, состоящей из  $Ar$ ,  $N_2$  и  $H_2$ , установка была дооборудована трехканальной

системой регулятора расхода газов. С целью обеспечения безопасности работ водород вырабатывается промышленным генератором и подается в вакуумную камеру, когда как азот и аргон подаются из газовых баллонов.

Для реализации технологии ИА в ТР модернизируемая установка была дооснащена специально спроектированными вакуумными вводами, электродами и специальными диэлектрическими экранами. Также для охлаждения корпуса вакуумной камеры были установлены термобарьерные экраны и спроектировано водяное охлаждение. Контроль температуры процесса ИА ведется с помощью «хромель-капелевой» термопары с подключенными программируемыми логическими контроллерами и модулями ввода-вывода сигналов Reallab. Также для контроля температуры использовался бесконтактный высокотемпературный инфракрасный пирометр «Термикс».

Для автоматического регулирования и контроля параметров процесса ИА была разработана система управления модернизированной установкой.

Для реализации технологии ЛИА с ПК в процессе обработки интенсивно изнашиваемые участки деталей находятся под технологическим экраном в виде сетки, в полости которой образуется плазма ТР повышенной плотности, позволяющая интенсифицировать процесс диффузионного насыщения на локальных участках деталей. Схема реализации процесса ЛИА с ПК представлена на рисунке 2.3.

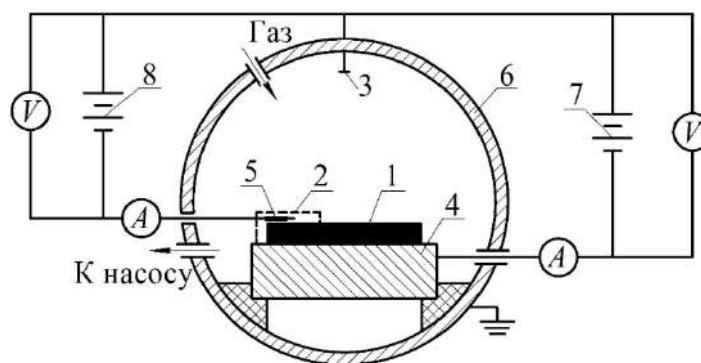


Рисунок 2.3 – Схема реализации технологии ЛИА с ПК: 1 – образец, 2 – технологический экран, 3 – анод, 4 – катод, 5 – зонд, 6 – вакуумная камера, 7 – ИП ТР, 8 – ИП зонда

Для реализации технологии ЛИА в МП модернизируемая установка была дооснащена охлаждаемой системой из постоянных магнитов с размерами 450x100x50 и индукцией магнитного поля  $B=0,03$  Тл.

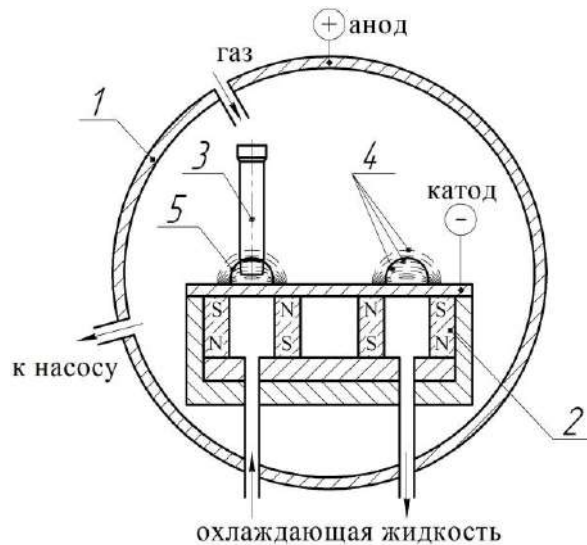


Рисунок 2.4 – Схема реализации технологии ЛИА в МП: 1 – вакуумная камера, 2 – магнитная система, 3 – обрабатываемая деталь, 4 – силовые линии МП, 5 – область плазмы ТР повышенной плотности

Охлаждение магнитной системы требуется для сохранения магнитных свойств системы при длительных высокотемпературных выдержках в процессе ЛИА в МП.

## 2.3 Методы структурных исследований

### 2.3.1. Метод оптической металлографии

Для металлографического анализа подготовка поверхности образцов из исследуемых сталей включала: механическое шлифование, полирование и химическое травление поверхности [55].

Шлифование поверхности образцов выполнялось на установках с вращающимися кругами с последовательным применением абразивной бумаги разной зернистости с постепенным переходом от более грубого

абразива (P100) к более мелкому (P2500). Полировка образцов проводилась с помощью суспензии с величиной алмазной крошки от 12 до 1 мкм до полного удаления следов механической обработки (до зеркального состояния). Для выявления структуры шлифы подвергались химическому травлению. Исследуемая поверхность окуналась в 5 % раствор азотной кислоты ( $HNO_3$ ). Время травления подбиралось экспериментально ~ 10-20 с. После травления образцы промывались в дистиллированной воде и высушивались на фильтровальной бумаге [55].

Исследование структуры образцов проводилось на оптических микроскопах «Olympus GX51» и Zeiss AxioTech 25HD при увеличениях  $\times 200$ ,  $\times 500$ .

### 2.3.2. Метод рентгеноструктурного анализа

Комплекс физико-механических и эксплуатационных свойств многофазных материалов определяется во многом фазовым составом. Поэтому для качественной оценки и количественного определения фазового состава поликристаллических материалов в работе применялся рентгеноструктурный фазовый анализ. Данный метод позволяет исследовать несовершенства кристаллического строения, определить параметры кристаллической решетки, размеров областей когерентного рассеяния и величины микронапряжений [103].

Исследования проводились на дифрактометрах общего назначения ДРОН-4-07 и Shimadzu XRD-6000 с рентгеновской трубкой с медным катодом ( $\lambda=1,540562 \text{ \AA}$ ). Принцип работы дифрактометра приведен на рисунке 2.5. Прецизионные дифрактометрические съемки проводили с шагом движения счетчика в 0,02 градуса для областей интенсивной рентгеновской дифракции и 0,1 градуса для областей фона. Время накопления импульсов в одной точке составляло, соответственно, 10 с и 5 с.

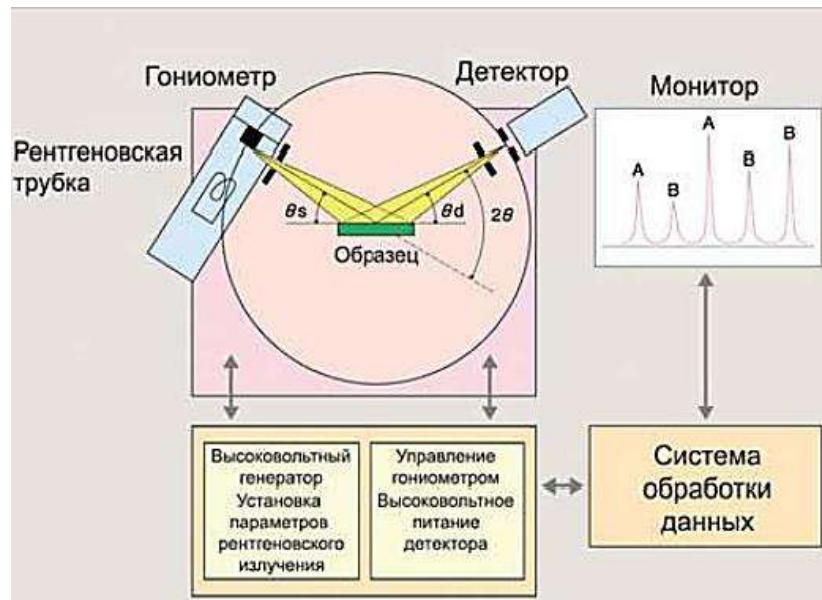


Рисунок 2.5 – Схема работы дифрактометра [103]

Дифракция рентгеновских лучей в кристалле подчиняется закону Вульфа-Брегга (рисунок 2.6):

$$2d\sin\vartheta = m\lambda,$$

где  $d$  – межплоскостное расстояние;

$\vartheta$  – брэгговский угол;

$\lambda$  – длина волны;

$m$  – порядок отражения.

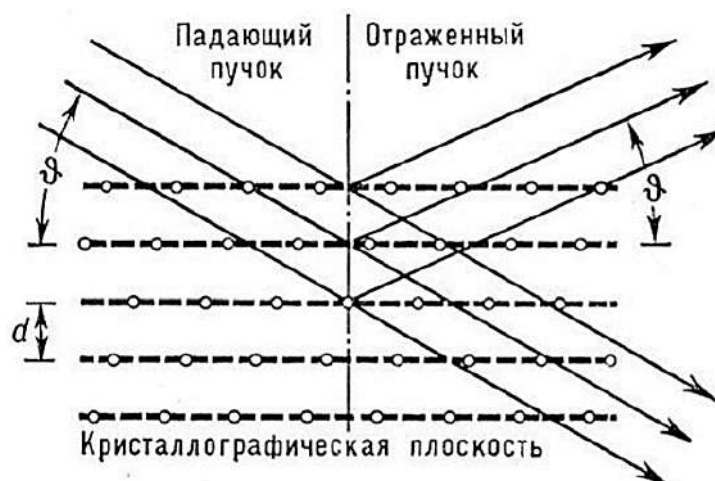


Рисунок 2.6 – Схема дифракции рентгеновского излучения:  $d$  – межплоскостное расстояние,  $\vartheta$  – угол скольжения [103]

Изменения интенсивности дифрагированного рентгеновского излучения представляется как дифрактограмма. С помощью базы данных рентгенограмм путем сравнения положения пиков и их интенсивностей с соединениями-эталоном производится идентификация фаз [103].

## 2.4 Метод определения микротвердости и методика оценки хрупкости диффузионного слоя

*Метод определения микротвердости.* Измерения микротвердости методом Виккерса получили широкое распространение при исследовании тонких модифицированных поверхностных слоев, в частности азотированных. Измерения регламентируются ГОСТ 9450-76 [98], ГОСТ 2999-75 [132]. Значения микротвердости для индентора с квадратным основанием определяются в соответствии с ГОСТ 9377-81 [135] по формуле:

$$H_{\mu} = H_{\square} = \frac{F}{S} = \frac{2F \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,854 \frac{F}{d^2} \quad (2.1)$$

Измерения микротвердости осуществляли на микротвердомере Struers Duramin-1/-2 с ручной регулировкой длительности и величины приложенной нагрузки, в зависимости от толщины упрочненного слоя.

Для более детального исследования тонких и легко скалываемых хрупких слоев применяется метод косого среза (рисунок 2.7).

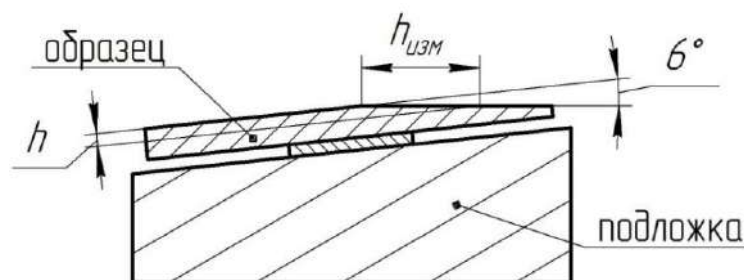


Рисунок 2.7 – Метод косого среза для оценки толщины упрочненного слоя



*Методика определения хрупкости упрочненного слоя после ИА.* Высокая хрупкость относится к серьезным дефектам азотирования и может быть вызвана пересыщением обрабатываемой поверхности азотом и образованием хрупких нитридов. Также причиной высокой хрупкости может послужить крупнозернистость и обезуглероживание стали, вызванное неправильным подбором режимов предварительной термической обработки. Вовремя не выявленная хрупкость может привести деталь к поломке и преждевременному выходу из строя всего изделия. Поэтому важно контролировать этот параметр [56].

Оценка хрупкости упрочненного слоя после ИА производится путем сопоставления полученного индентором отпечатка, при измерении микротвердости методом Виккерса, со шкалой хрупкости, разработанной ВИАМ (рисунок 2.8) [56].




Группа	Вид отпечатков по Виккерсу	Определение	Примечание
I		Нехрупкие	Во всех случаях допустимы
II		Слегка хрупкие	
III		Хрупкие	Недопустимы на шлифованных поверхностях
IV		Очень хрупкие	Во всех случаях недопустимы

Рисунок 2.8 – Шкала оценки хрупкости упрочненного слоя после ИА [56]

В некоторых случаях для исправления брака и снижения хрупкости (III и IV группы) упрочненного слоя детали подвергаются повторной ТО с нагревом при 500-625°C и выдержкой 3-4 ч.

Толщину упрочненного слоя определяли путем измерения микротвердости на срезе шлифа от поверхности к сердцевине материала (рисунок 2.9).

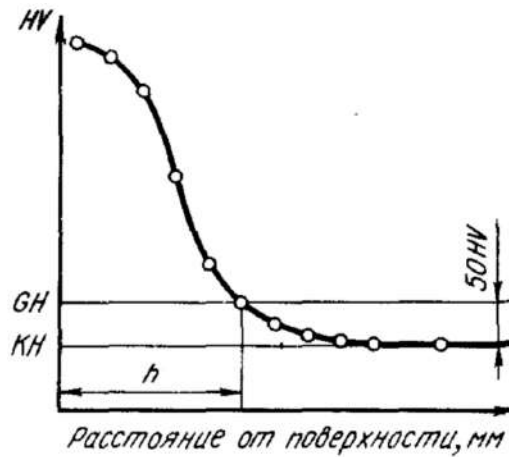


Рисунок 2.9 – Методика определения толщины азотированного слоя:  $h$  – толщина упрочненного слоя;  $KH$  – твердость сердцевины материала;  $GH$  – граничная твердость

Толщина упрочненного слоя, согласно методике, определяется расстоянием от поверхности до граничной твердости  $GH$ , которая должна превышать твердость сердцевины материала  $KH$  на  $\sim 50HV$ .

Следующим методом, оправдавшим себя в целом ряде специальных случаев, является метод измерения микротвердости (рисунок 2.10), основанный на том, что во всех твердых растворах, полученных из чистых металлов, твердость возрастает с увеличением концентрации.

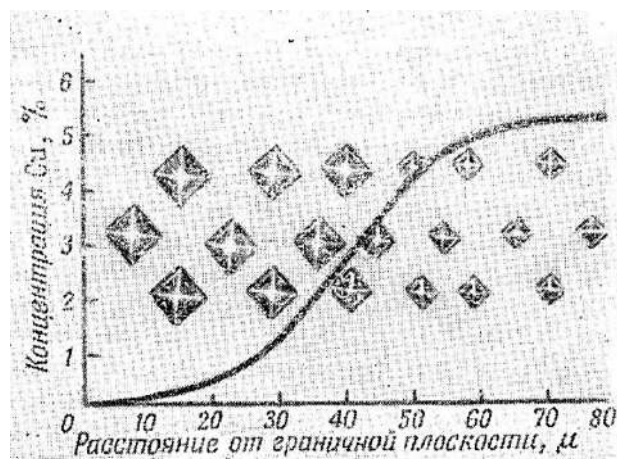


Рисунок 2.10 – Распределение микротвердости и концентрации (по Бюкле)

Поскольку размер отпечатков микротвердости на металлических шлифах составляет всего несколько микрон, то этот метод применим для исследования распределения концентрации даже при весьма малой глубине

проникновения диффундирующего вещества. Более того, он пригоден в области малых концентраций [56].

## 2.5 Зондовый метод диагностики плазмы тлеющего разряда

С целью определения влияния эффекта полого катода, возникающего при ИА с ПК, на характеристики плазмы ТР в работе был применен зондовый метод исследования плазмы, позволяющий получить энергетические параметры разряда, такие как плотность электронов плазмы, температуру заряженных частиц и потенциал плазмы. Суть метода заключается в введении одиночного зонда Ленгмюра (рисунок 2.11) диаметром 0,12 мм с рабочей длиной 7 мм из тугоплавкого (вольфрамового) материала по схеме (рисунок 2.12) в исследуемую область плазмы и измерении тока, протекающего через него в зависимости от потенциала зонда.



Рисунок 2.11 – Зонд Ленгмюра [156]

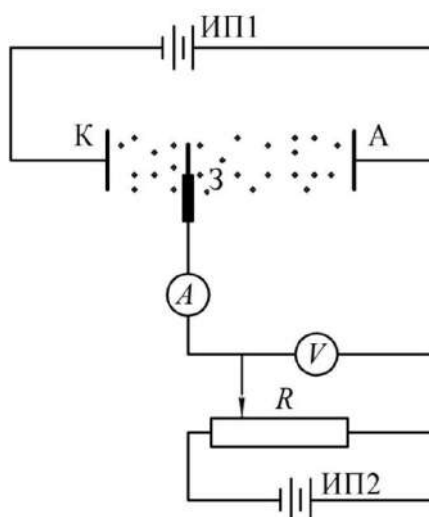


Рисунок 2.12 – Схема диагностики плазмы ТР: К – катод, А – анод, З – зонд, ИП1 – источник питания ТР, ИП2 – источник питания напряжения смещения зонда [156]

В результате полученных данных строится зондовая вольт-амперная характеристика (ВАХ) (рисунок 2.13), состоящая из трех областей: пологие области I и III соответствуют электронному и ионному токам насыщения на зонд, область II – переходная.

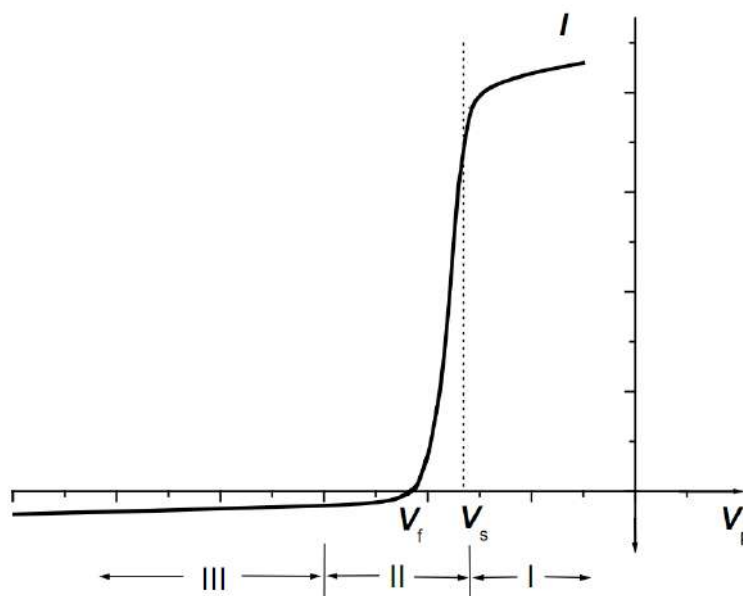


Рисунок 2.13 – Зондовая ВАХ: I – электронный ток насыщения; II – переходная зона; III – ионный ток насыщения [156]

Определение параметров плазмы из экспериментальной ВАХ состоит из нескольких последовательных этапов [156]:

1. Определение потенциала пространства и выделение электронной и ионной частей ВАХ.
2. Определение концентрации и температуры электронов.
3. Определение концентрации ионов из ионной части ВАХ.

## 2.6 Методика трибологических испытаний

Испытания на износ образцов до и после ИА проводили на дисковом трибометре Nanovea. Общий вид установки приведен на рисунке 2.14. Схема испытаний – шар (полусфера) по диску (рисунок 2.15, а) в соответствии с Американскими международными стандартами ASTM G99-05 Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus [101].

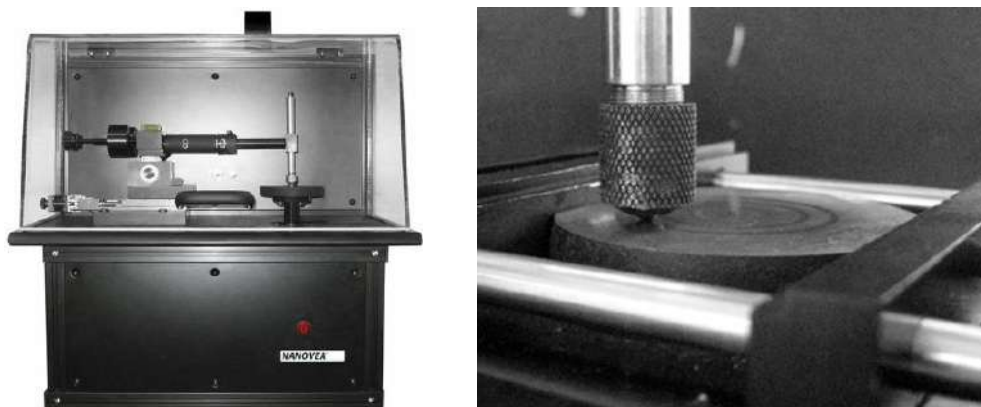


Рисунок 2.14 – Фотография трибометра Nanovea

Согласно методике, в качестве контртела использовался стандартный шарик диаметром 3 мм из конструкционной подшипниковой стали ШХ15 с твердостью 60-62 HRC. Величина нормальной нагрузки, приложенной на контртело, составила 4 Н при радиусе вращения образца 2,5 мм и частотой оборотов 500 об/мин.

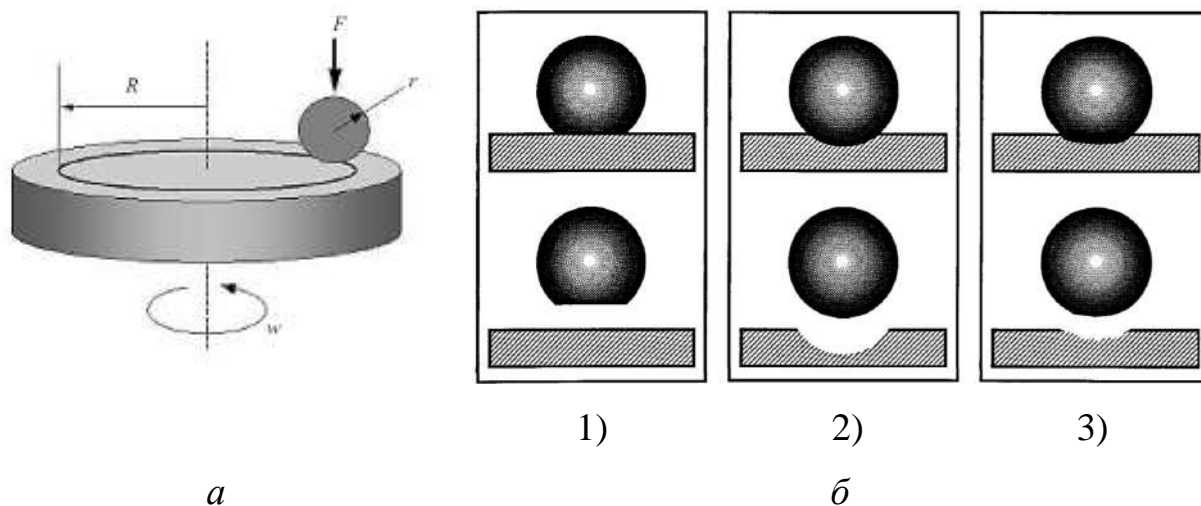


Рисунок 2.15 – Схема проведения испытания на износ «шар-диск» (а) и возможные варианты износа (б)

Для оценки варианта износа (рисунок 2.15), расчета убыли массы (объема) после проведения испытаний на износ с помощью профилометра строится профиль трека износа (рисунок 2.16). Также убыль массы может

определяться взвешиванием образца и контртела до и после триботехнических испытаний [101].

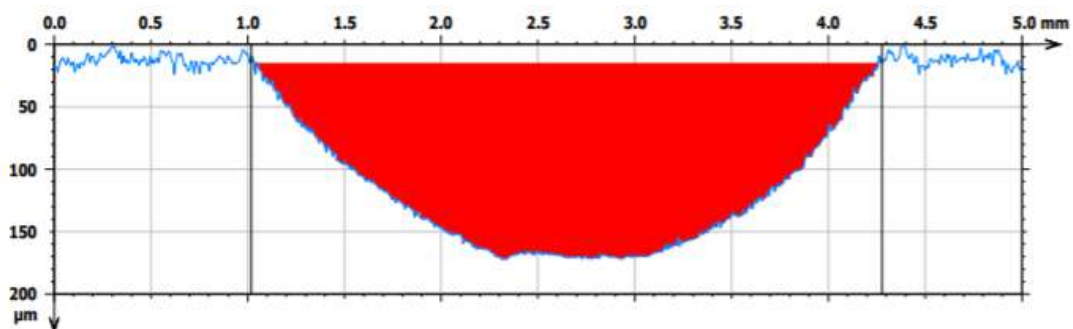


Рисунок 2.16 – Пример профиля трека износа

Для определения характера износа пары трения производится исследование микрофотографии трека износа (рисунок 2.17).



Рисунок 2.17 – Пример оптической фотографии трека износа

Коэффициент трения  $K_{тр}$  в течение всего процесса испытания на износ автоматически считывается и выводится в виде графика (рисунок 2.18), по которому можно оценить длительность каждой стадии изнашивания.

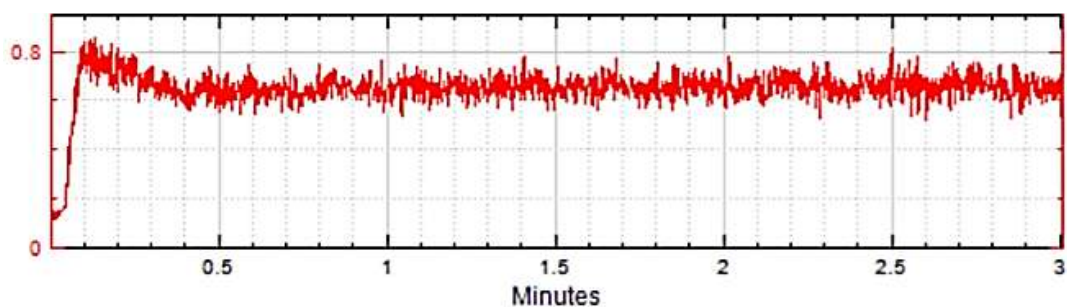


Рисунок 2.18 – График изменения коэффициента трения

## **Выводы по главе 2**

1. Сформулирована научная гипотеза, определен объект исследования и обоснованно подобраны исследуемые материалы.
2. Модернизирована установка ЭЛУ-5 и представлены схемы реализации исследуемых в рамках диссертационной работы новых технологий ЛИА в плазме азота повышенной плотности и с предварительным измельчением структуры исследуемых материалов.
3. Приведены и обоснованы основные методы исследования структуры, фазового состава, механических свойств и эксплуатационных характеристик исследуемых материалов после ЛИА в плазме азота повышенной плотности и с предварительным измельчением структуры исследуемых материалов.

### 3. МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЛОКАЛЬНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ В ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ПОВЫШЕННОЙ ПЛОТНОСТИ

В материаловедении одним из основных направлений является создание металлических материалов с заданными свойствами с помощью эффективных ресурсосберегающих технологий, в частности, с помощью упрочняющих обработок. В настоящее время среди технологий упрочняющей обработки все большее развитие и применение получает ХТО. Из всех видов поверхностного упрочнения процесс ИА отвечает большинству современных требований производства и считается высокоэффективным и энергосберегающим, а отсутствие аммиака делает этот метод экологически чистым.

Однако процесс ИА зависит от многих факторов, которые влияют на эффективность данного процесса и окончательный результат. Поэтому имеется необходимость в математическом описании процесса ИА, формировании заданной структуры и свойств азотированного слоя для обеспечения и прогнозирования необходимых характеристик детали. На рисунке 3.1 приведена схема разработанной в рамках диссертационной работы численной модели процесса ЛИА.

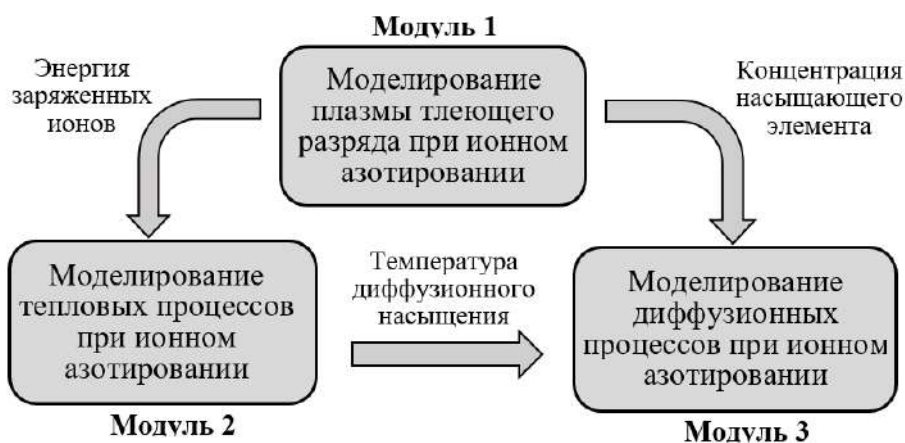


Рисунок 3.1 – Схема разработанной численной модели процесса ЛИА



## 3.2 Компьютерное моделирование процесса ионного азотирования в тлеющем разряде с повышенной плотностью

### 3.2.1. Компьютерное моделирование и зондовые измерения плазмы тлеющего разряда с повышенной плотностью при ионном азотировании

Моделирование и расчет параметров плазмы ТР проводилось с использованием МКЭ. В основе разработанной модели лежит двухжидкостная (флюидная) теория плазмы. В таблице 3.1 приведены используемые при моделировании основные плазмохимические реакции.

Таблица 3.1 – Плазмохимические реакции на примере аргона, используемые при моделировании плазмы ТР

№	Формула	Вид реакции
1	$e + Ar \Rightarrow e + Ar$	Упругое столкновение
2	$e + Ar \Rightarrow e + Ar^*$	Возбуждение
3	$e + Ar^* \Rightarrow e + Ar$	Релаксация
4	$e + Ar \Rightarrow 2e + Ar^+$	Ионизация
5	$e + Ar^* \Rightarrow 2e + Ar^+$	Ионизация
6	$Ar^* + Ar^* \Rightarrow e + Ar + Ar^+$	Ионизация Пеннинга
7	$Ar^* + Ar \Rightarrow Ar + Ar$	Релаксация

В результате плазмохимических реакций в плазме ТР происходит изменение концентрации и энергетического состояния заряженных частиц. Математическая модель плазмы основана на расчете уравнений баланса энергии, движения, дополненного уравнением неразрывности и системы уравнений Максвелла, которая устанавливает связь между компонентами электрического и магнитного полей, параметрами среды и сторонними источниками электромагнитного поля [133]. Электростатическое поле вычисляется с использованием следующих выражений (по теореме Гаусса):

$$\nabla \cdot D = \rho, \quad (3.1)$$

где  $D$  – вектор электрической индукции;

$\rho$  – плотность свободных электрических зарядов, Кл/м<sup>3</sup>.

$$E = - \nabla V, \quad (3.2)$$

где  $V$  – скалярный электрический потенциал, В;

$E$  – вектор напряженности электрического поля, В/м.

Уравнения Максвелла дополняются материальными уравнениями, описывающими электромагнитные свойства среды [157]. Они имеют вид:

$$D = \varepsilon_0 \varepsilon_r E, \quad (3.3)$$

где  $\varepsilon_r$  – относительная диэлектрическая проницаемость;

$\varepsilon_0$  – диэлектрическая проницаемость вакуума, Ф/м.

Уравнение непрерывности для электронов имеет вид [2]:

$$\frac{\partial}{\partial t}(n_e) + \nabla \cdot \Gamma_e = R_e - (\mathbf{u} \cdot \nabla)n_e \quad (3.4)$$

где  $n_e$  – концентрация электронов,  $1/\text{м}^3$ ;

$R_e$  – коэффициент скорости ударных реакции,  $1/(\text{м}^3 \cdot \text{с})$ ;

$\Gamma_e$  – электронный поток;

$u$  – скорость жидкостного течения, м/с.

Поток электронов определяется выражением [157]:

$$\Gamma_e = -(\mu_e \cdot \mathbf{E})n_e - \mathbf{D}_e \cdot \nabla n_e, \quad (3.5)$$

где  $\mu_e$  – тензор подвижности электронов,  $\text{м}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ ;

$\mathbf{D}_e$  – тензор коэффициента диффузии электронов,  $\text{м}^2/\text{с}$ ;

$n_e$  – плотность электронов,  $1/\text{м}^3$ ;

$E$  – вектор напряженности электрического поля, В/м.

Уменьшаемое в правой части уравнения (3.5) представляет собой миграцию электронов под действием электрического поля. Вычитаемое представляет собой диффузию электронов из области высокой плотности электронов в малую электронную плотность. Концентрация электронов находится из решения уравнений (3.4) и (3.5).

Уравнение плотности энергии электронов решается с уравнением (3.4):

$$\frac{\partial n_\varepsilon}{\partial t} + \nabla \cdot \Gamma_\varepsilon + E \cdot \Gamma_e = R_\varepsilon, \quad (3.6)$$

где  $n_\varepsilon$  – плотность энергии электронов,  $1/\text{м}^3$ ;

$\Gamma_e$  – электронный поток;

$R_\varepsilon$  – потеря энергии / усиление за счет неупругих столкновений,  $1/(m^3 \cdot c)$ .

Третье слагаемое в выражении (3.6) представляет собой нагрев электронов, что вызвано внешним электрическим полем. Это слагаемое может быть как источником тепла, так и источником теплоотвода в зависимости от того, как направлено движение электронов, в том же направлении, что и электрическое поле или нет.

Поток энергии определяется выражением [157]:

$$\Gamma_\varepsilon = -(\mu_\varepsilon \cdot E)n_\varepsilon - D_\varepsilon \cdot \nabla n_\varepsilon, \quad (3.7)$$

где  $\mu_\varepsilon$  – коэффициент подвижности электронов,  $m^2/(V \cdot c)$ ;

$D_\varepsilon$  – коэффициент диффузии электронов,  $m^2/c$ ;

$n_\varepsilon$  – плотность энергии электронов,  $1/m^3$ .

При этом в выражении (3.4) коэффициент скорости ударных реакций рассчитывается как:

$$R_\varepsilon = \sum_{j=1}^M x_j k_j N_n n_\varepsilon, \quad (3.8)$$

где  $x_j$  – молярная доля рассматриваемых частиц в реакции;

$k_j$  – константа скорости реакции,  $m^3/c$ ;

$N_n$  – общая концентрация нейтральных частиц,  $1/m^3$ .

Потеря энергии электронов обусловлена неупругими столкновениями. Изменение энергии электрона – это сумма изменений энергий по всем реакциям [36]:

$$R_s = \sum_{j=1}^p x_j k_j N_n n_\varepsilon \Delta \varepsilon_j, \quad (3.9)$$

где  $\Delta \varepsilon_j$  – изменение энергии в реакции  $j$ , В;

$k_j$  – коэффициент скорости реакции  $j$ .

Коэффициент скорости реакции представляет собой интеграл [36]:

$$k_k = \gamma \int_0^\infty \varepsilon \sigma_k(\varepsilon) f(\varepsilon) d\varepsilon, \quad (3.10)$$

где  $\gamma = \sqrt{\frac{2q}{m_e}}$ , (Кл/кг)<sup>1/2</sup>;

$m_e$  – масса электрона, кг;

$\varepsilon$  – энергия, В;

$\sigma_k$  – эффективное сечение процесса, м<sup>2</sup>;

$f$  – функция распределения электронов по энергиям.

В нашем случае функция распределения электронов по энергиям была принята максвелловским.

Движение ионов и нейтральных частиц описывается следующим уравнением [36]:

$$\rho \frac{\partial}{\partial t} (w_k) + \rho (u \cdot \nabla) w_k = \nabla \cdot j_k + R_k, \quad (3.11)$$

где  $j_k$  – вектор диффузионного потока;

$R_k$  – скорость для частиц  $k$ , кг/(м<sup>3</sup>·с);

$u$  – усредненная по массе скорость потока, м/с;

$\rho$  – плотность смеси, кг/м<sup>3</sup>;

$w_k$  – массовая доля  $k$ -тых частиц.

Механизмом поддержания разряда является эмиссия вторичных электронов с катода, которая происходит в результате бомбардировки поверхности подложки положительно заряженными ионами газа [36]. При моделировании используются граничные условия для потока электронов плазмы в результате вторичной электронной эмиссии:

$$-n \cdot \Gamma_e = \left( \frac{1}{2} v_{e,th} n_e \right) - \sum_p \gamma_p (\Gamma_p \cdot n), \quad (3.12)$$

$$-n \cdot \Gamma_\varepsilon = \left( \frac{5}{6} v_{\varepsilon,th} n_\varepsilon \right) - \sum_p \varepsilon_p \gamma_p (\Gamma_p \cdot n), \quad (3.13)$$

где  $\sum \gamma_p (\Gamma_p \cdot n)$  – усиление электронов за счет вторичного эффекта эмиссии;

$\gamma_p$  – коэффициент вторичной эмиссии;

$\sum \varepsilon_p \gamma_p (\Gamma_p \cdot n)$  – поток вторичной эмиссии;

$\varepsilon_p$  – средняя энергия вторичных электронов, эВ.

Нагрев поверхности детали происходит за счет превращения кинетической энергии ионов в тепловую при бомбардировке катода положительными ионами. При увеличении напряжения между электродами ионы приобретают большие скорости, и происходит более интенсивная бомбардировка катода, вследствие чего увеличивается температура нагрева поверхности детали. При этом реальный эксперимент был проведен в газовой смеси (30%  $N$ , 70%  $Ar$ ). Ионы аргона имеют большую массу, по сравнению с ионами азота, поэтому бомбардировка в чистом аргоне идет интенсивнее, вследствие этого температура нагрева поверхности выше при моделировании (рисунок 3.2).

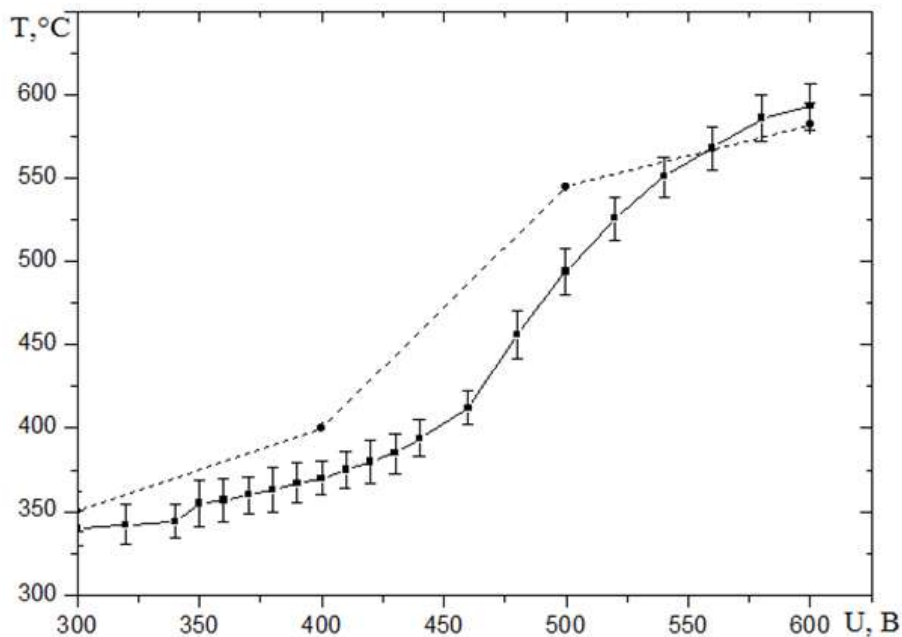


Рисунок 3.2 – Зависимость изменения температуры поверхности детали от напряжения: сплошная линия – теоретическая кривая; пунктирная линия – экспериментальная кривая

Полученные в результате расчетов ВАХ разрядов представлены на рисунке 3.3.

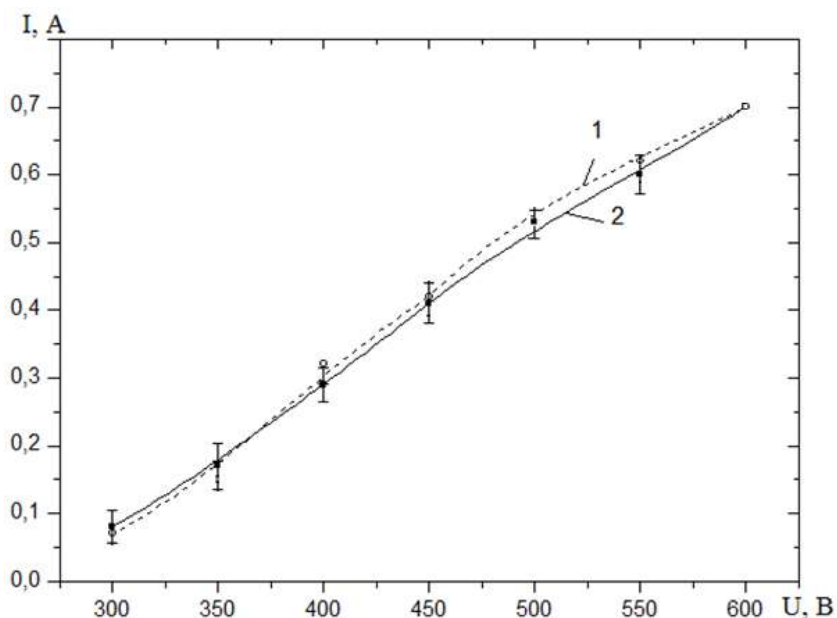


Рисунок 3.3 – Расчетные ВАХ разряда: сплошная линия – теоретическая кривая; пунктирная линия – экспериментальная кривая

Было замечено, что кривые ВАХ возрастающие, другими словами, с ростом напряжения увеличивается сила тока и достигает 0,7 А при напряжении 600 В. Это связано с тем, что по мере увеличения напряжения заряженные частицы (ионы и электроны) приобретают большие скорости и, вследствие этого, все большая доля частиц достигает электродов, поэтому сила тока возрастает.

Зондовые измерения параметров плазмы ТР (плавающего потенциала, концентрации ионов, температуры электронов) проводились при режимах горения ТР:  $P = 90$  Па,  $U = 550$  В. Интерпретация результатов измерения проводилась по методике [156]. На рисунках 3.4 и 3.5 показано распределение концентрации электронов, полученных в результате моделирования и зондовых измерений.

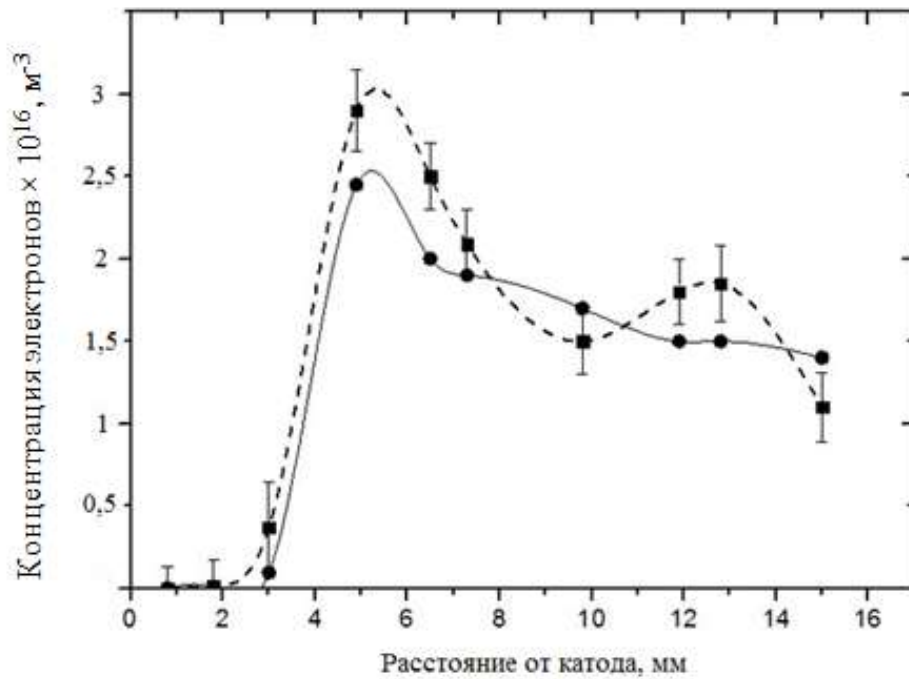


Рисунок 3.4 – Распределение концентрации электронов: сплошная линия – теоретическая кривая; пунктирная линия – экспериментальная кривая

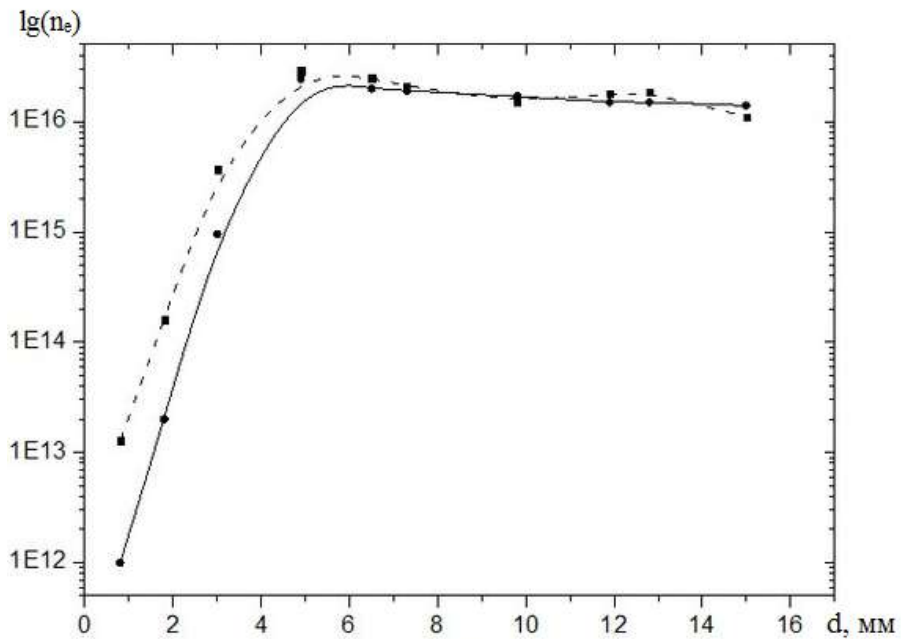


Рисунок 3.5 – Распределение концентрации электронов в логарифмическом масштабе: сплошная линия – теоретическая кривая; пунктирная линия – экспериментальная кривая

Анализ распределения концентрации электронов показал, что у катодной поверхности отмечается пониженная концентрация электронов, это

наблюдается за счет ускорения электронов под действием сильного электрического поля. Максимальное значение концентрации электронов ( $2,8 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-3}$ ) находится на расстоянии 5 мм от катода, эта зона отрицательного свечения.

На рисунке 3.6 показано распределение концентрации ионов, полученных в результате моделирования и в результате зондовых измерений.

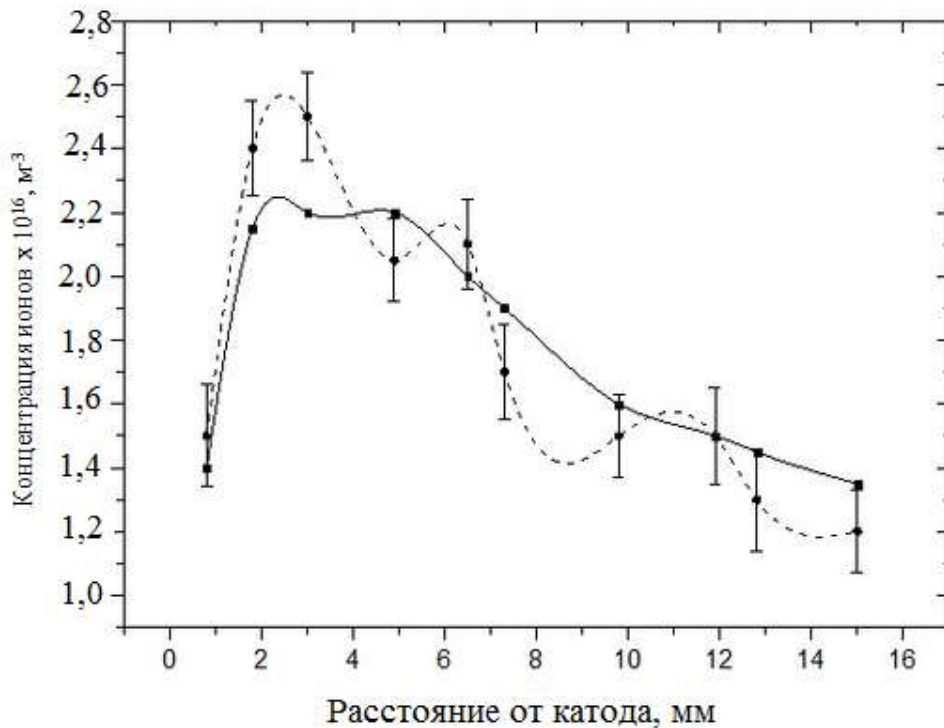


Рисунок 3.6 – Распределение концентрации ионов: сплошная линия – теоретическая кривая; пунктирная линия – экспериментальная кривая

Максимальное значение концентрации ионов находится на расстоянии 2 мм от катода и составляет  $2,6 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-3}$ . Это говорит о том, что на данном расстоянии электроны получают достаточную энергию, чтобы совершить процессы ионизации. Дальнейший спад концентрации соответствует области положительного столба разряда.

Исходя из полученных результатов можно сделать вывод, что распределение в результате зондовых измерений имеет один порядок и



схожую форму с полученными данными моделирования, что свидетельствует о хорошей сходимости экспериментальных и теоретических данных.

Измерения параметров плазмы ТР внутри технологического экрана проводились в разных точках полости катода путем вертикального перемещения зонда с помощью специального приспособления. Измерения проводились при давлении 60 Па в среде *Ar*, расстояние между катодом и технологическим экраном составляло 5 мм, при этом в полости экрана проявлялся ЭПК в виде яркого свечения области плазмы [181].

После обработки ВАХ зонда было построено распределение потенциала плазмы в полости технологического экрана при проявлении ПК. Начало координат соответствует поверхности катода, а расстояние 5 мм – поверхности технологического экрана.

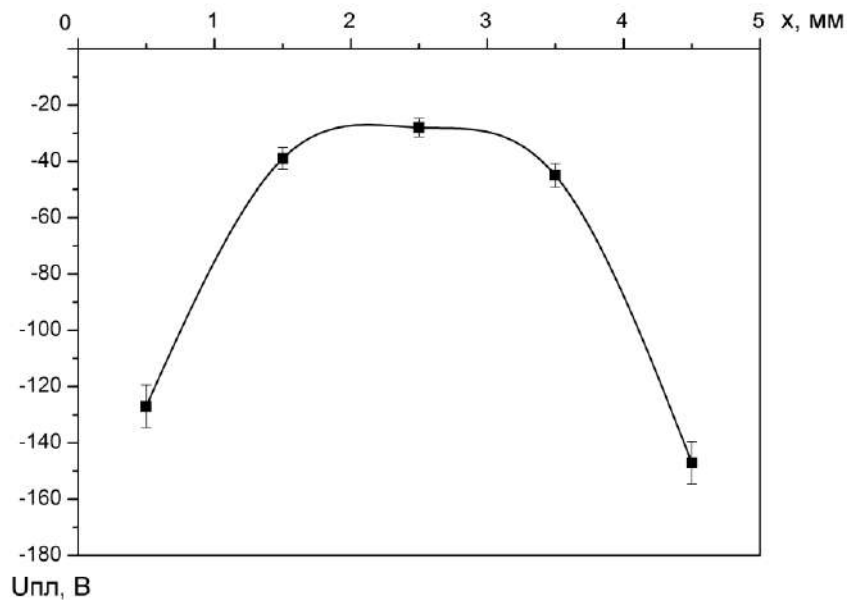


Рисунок 3.7 – Зависимость изменения потенциала плазмы в полости технологического экрана [181]

Известно, что плавающий потенциал определяется энергией частиц плазмы. Так как энергия электронов значительно превышает энергию ионов, на значение плавающего потенциала влияет в основном энергия электронов, которая падает при удалении от поверхности катода, так как электроны тратят энергию в плазменных реакциях. Полученное распределение температуры

электронов в полой катод свидетельствует о резком ее падении в области отрицательного свечения, так как «горячие» электроны теряют энергию в процессах возбуждения и ионизации. Ожидалось наблюдение падения температуры электронов в темном прикатодном пространстве. Однако проведение зондовых измерений в точках, столь близких к поверхности катода, весьма затруднительно в связи с возможностью пробоя и электрического контакта между зондом и электродом [181].

На рисунке 3.8 показана зависимость изменения температуры электронов в полости технологического экрана.

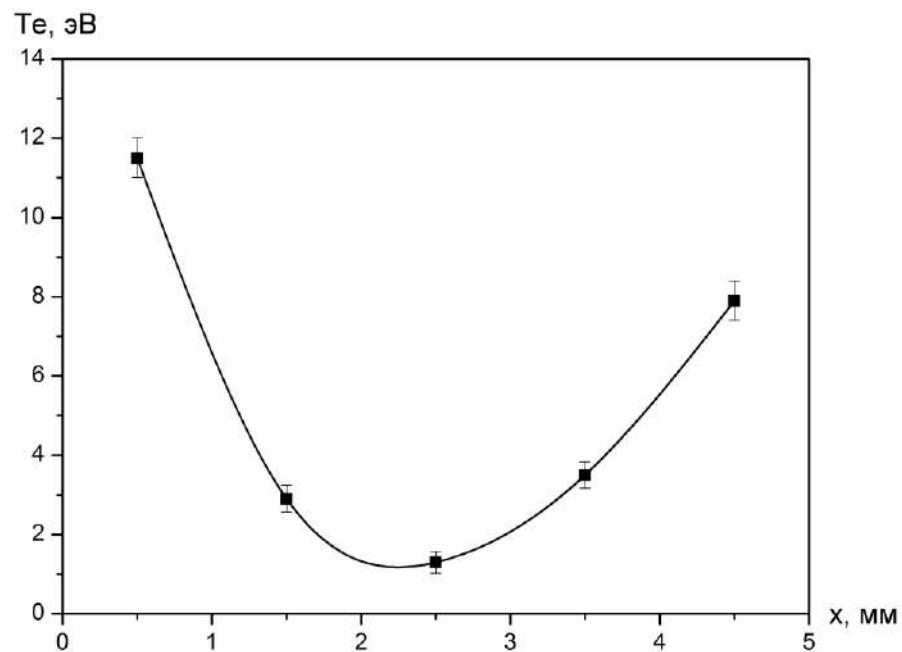


Рисунок 3.8 – Зависимость изменения температуры электронов в полости технологического экрана [181]

График распределения концентрации заряженных частиц в ПК представлен на рисунке 3.9.

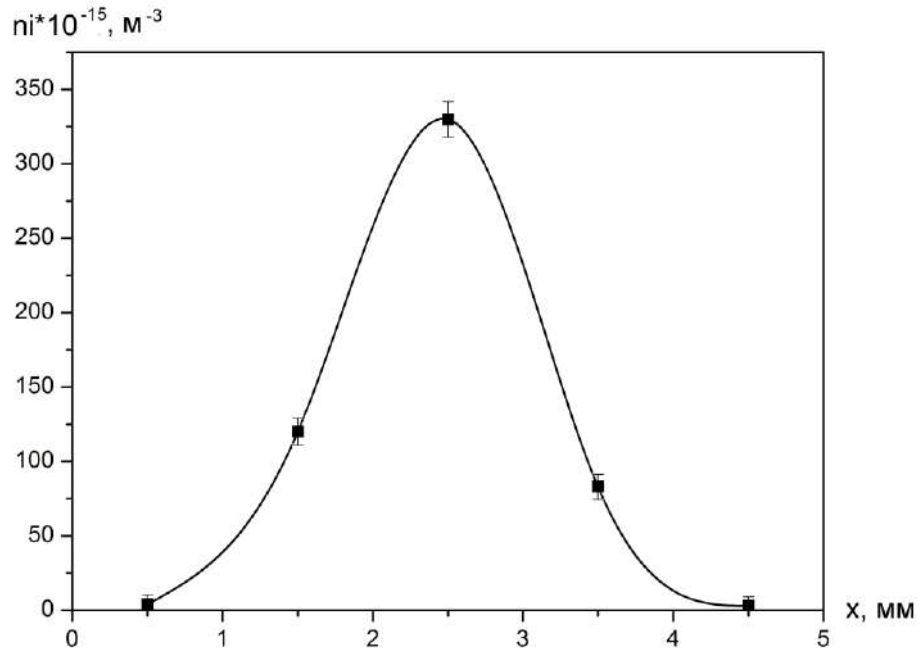


Рисунок 3.9 – График распределения концентрации ионов рабочего газа в ПК [157]

Анализ графика (рисунок 3.9) показывает неравномерное распределение концентрации заряженных частиц (ионов) в полости технологического экрана с максимальным значением в месте перекрытия зон отрицательного свечения. Максимальная концентрация ионов в ПК составила  $n_i = 3,5 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ , тогда как при ИА без ПК концентрация составила  $n_i = 2 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ . В результате зондовых измерений установлено, что в полости технологического экрана формируется плазма с повышенной концентрацией заряженных частиц вследствие осцилляции электронов и увеличения актов ионизации. Повышенное значение градиента концентрации насыщающего элемента в зоне проявления ПК приводит к интенсификации процесса диффузионного насыщения [157].

Для определения приемлемых технологических параметров процесса ЛИА с ПК были проведены исследования по определению области технологических параметров (разность межэлектродного потенциала  $U$  и давление в рабочей камере  $P$ ) плазмы ТР, где проявляется ЭПК, результаты которых представлены в виде диаграммы (рисунок 3.10).

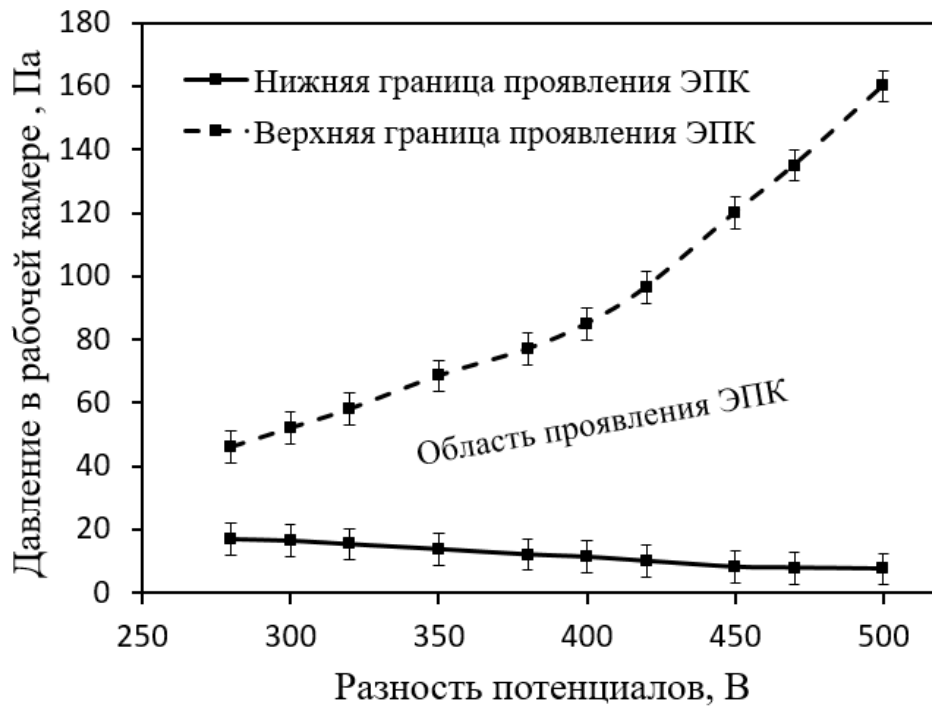


Рисунок 3.10 – Область проявления ЭПК [72]

Из диаграммы (рисунок 3.10) установлено, что увеличение разности потенциала горения ТР приводит к расширению диапазона рабочих давлений (преимущественно верхней границы), при которых может реализовываться технология ЛИА с ПК. Технологические параметры подбираются исходя из условий поддержания необходимой температуры садки. Изменения разности потенциала  $U$  и давления в рабочей камере  $P$  влияют на энергетические параметры процесса ЛИА и могут привести либо к недогреву поверхности и, как следствие, уменьшению эффективности процесса, либо к перегреву обрабатываемой поверхности с возможным образованием на ней дефектов в виде оплавленных микрократеров [72].

### 3.2.2. Компьютерное моделирование тепловых процессов при локальном ионном азотировании в плазме тлеющего разряда с повышенной плотностью

Известно [94], что на интенсивность протекания диффузионных процессов при ИА влияет температура обрабатываемой поверхности, которая зависит от концентрации и энергетических параметров ионов рабочего газа. Результаты зондовых измерений показали, что в полости технологического экрана при ЛИА наблюдается повышенная концентрация заряженных ионов, следовательно, температура и скорость нагрева в этих участках детали будет выше чем на участках, азотированных без ПК. Это приводит к неравномерному нагреву детали. При этом расчет температуры и скорости нагрева значительно усложняется, вследствие перераспределения тепла от более нагретых участков к менее нагретым и стремлением системы к тепловому равновесию.

Следует отметить, что перегрев детали на локальных участках при ИА может привести к ухудшению физико-механических свойств сердцевины материала, тогда как пониженная температура обработки резко снижает эффективность процесса диффузионного насыщения. Поэтому моделирование тепловых процессов при ЛИА даст возможность повышения эффективности процесса ИА вследствие назначения оптимальных технологических режимов.

Тепловые процессы при ЛИА с ПК в разработанной модели описываются уравнением теплопроводности, описывающим изменение температуры в заданной области пространства во времени [164]:

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial \tau} + \nabla(-k\nabla T) = Q, \quad (3.14)$$

где  $k$  – коэффициент теплопроводности обрабатываемого материала, Вт/(м·К);

$C$  – удельная теплоемкость обрабатываемого материала, Дж/(кг·К);

$\rho$  – плотность обрабатываемого материала, кг/м<sup>3</sup>;

$Q$  – удельный источник теплоты, Вт/м<sup>3</sup>;

$T$  – температура подложки, К;

$t$  – длительность процесса ИА, с.

При расчете были использованы табличные значения физических свойств и коэффициентов для исследуемых сталей. Так, для стали 13X11N2B2MФ-Ш удельная теплоемкость составляет 475 Дж/(кг·К), а коэффициент теплопроводности – 20,9 Вт/(м·К).

Теплопередача происходит только за счет проводимости, поэтому связь между градиентом температуры и молекулярным потоком теплоты ( $qT$ , Вт/м<sup>2</sup>) определена законом теплопроводности Фурье [164]:

$$q = -k \nabla T. \quad (3.15)$$

Знак минус указывает на противоположную направленность векторов теплового потока и градиента температур. Коэффициент теплопроводности  $k$  является физической характеристикой тела в отношении его способности к теплопроводности.

Для численного решения задачи распространения тепла необходимо задать начальные и граничные условия. При компьютерном моделировании используются два различных типа граничных условий: типа Дирихле и типа Неймана.

При моделировании задается граничное условие, соответствующее теплообмену с окружающей средой (граничные условия третьего рода) [164]:

$$-n \cdot q = q_0 + h(T_{inf} - T), \quad (3.16)$$

где  $h$  – коэффициент теплоотдачи, Вт/(м<sup>2</sup>·К);

$q$  – вектор потока теплоты, Вт/м<sup>2</sup>;

$q_0$  – внутренний поток теплоты, нормаль к границе, Вт/м<sup>2</sup>;

$T_{inf}$  – искомая температура, К;

$T$  – температура окружающей среды, К.

Эта формулировка позволяет явно определять поток теплоты через  $q_0$  и коэффициент теплоотдачи  $h$  относительно искомой температуры  $T_{inf}$ .

При ИА одновременно с нагревом детали тепловым потоком от энергичных ионов рабочего газа, ускоренных электрическим полем,

происходит отвод тепла от поверхности подложки в окружающее пространство тепловым излучением (радиационный теплообмен). Из-за проведения процесса ИА в вакууме отвод тепла от поверхности обрабатываемой детали конвекцией и теплопроводностью не учитывается.

Тела, участвующие в радиационном теплообмене, имеют радиационные характеристики или свойства: поглощательная, отражательная и пропускательная способности тела [164].

Падающий тепловой поток  $G$  является полным излучающим потоком теплоты, который достигает поверхности тела. Тепловой поток, уходящий с поверхности тела, является суммой собственного и отраженного тепловых потоков, его называют эффективным тепловым потоком  $J$  (рисунок 3.11) [164]:

$$J = \rho \cdot G + \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4, \quad (3.17)$$

где  $\rho$  – коэффициент отражения;

$\varepsilon$  – коэффициент теплового излучения облучаемого тела;

$\sigma$  – постоянная Стефана — Больцмана,  $5,67 \cdot 10^{-8}$  Вт/м<sup>2</sup>·К<sup>4</sup>;

$T$  – температура, К.

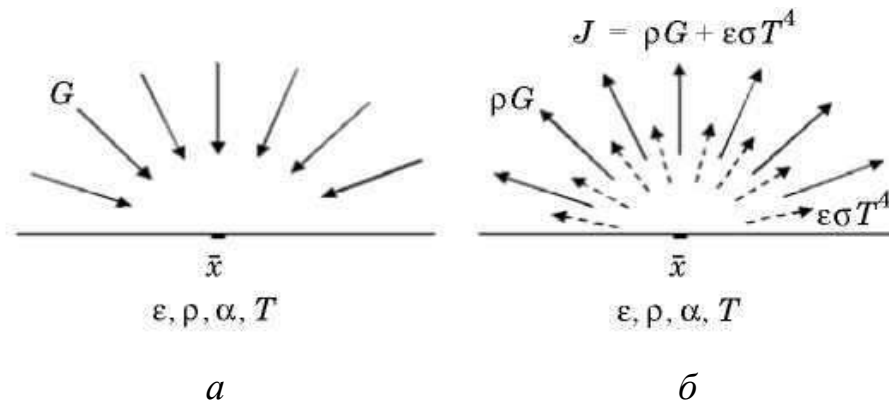


Рисунок 3.11 – Поступление тепловой энергии (а), отвод тепловой энергии (б) при ИА [164]

Тогда поглощенный телом тепловой поток будет равен:

$$q = \varepsilon \cdot (G - \sigma \cdot T^4). \quad (3.18)$$

Для расчета радиационной теплопередачи принимаются, что окружающая среда имеет постоянную температуру  $T_{amb}$  и имеет свойства абсолютно черного тела [164].

Тогда получаем уравнение поглощенного излучающего потока теплоты от поверхности к окружающему пространству [164]:

$$q = \varepsilon \cdot \sigma \cdot (T_{amb}^4 - T^4). \quad (3.19)$$

Моделирование тепловых процессов при ЛИА с ПК проводили на примере типовой и распространенной в машиностроении детали «Шестерня» из стали марки 38ХМЮА, зубчатый венец которой работает в условиях локального износа (рисунок 3.12). В процессе эксплуатации зубчатых колес и шестерен на рабочих поверхностях зубьев, вследствие циклических нагрузок, контактных напряжений, износа могут происходить усталостные разрушения, образовываться питтинги, грубые задиры, приводящие к катастрофическому износу и дальнейшему выходу из строя детали. Поэтому с целью продления ресурса и преждевременного выхода из строя целесообразно детали подвергать ЛИА с ПК.



Рисунок 3.12 – Деталь для моделирования тепловых процессов при ЛИА с ПК [32]

Моделирование тепловых процессов при ЛИА с ПК начинается с определения рабочих поверхностей, требующих локальное упрочнение с ПК. Далее разрабатывается схема с направлениями тепловых потоков при ЛИА с



ПК. Для детали «Шестерня» на рисунке 3.13 показана схема подвода (а) и отвода (б) тепловой энергии в процессе ИА.

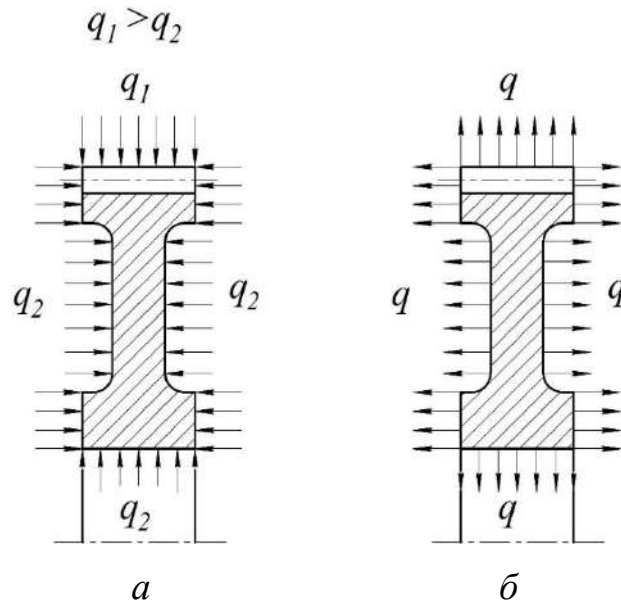


Рисунок 3.13 – Схема подвода тепловой энергии от потока ионов (а) и схема отвода тепловой энергии излучением от поверхности детали (б):  $q_1$  – поток теплоты в ТР с ПК,  $q_2$  – поток теплоты в ТР вне ПК,  $q$  – излучающий поток теплоты от поверхности детали [32]

При ЛИА зубчатый венец детали подвергается обработке с ПК. В этом случае тепловой поток в ТР от высокоэнергичных ионов в полости технологического экрана к обрабатываемой поверхности выражается:

$$q_1 = j_{i1} \cdot U, \quad (3.20)$$

где  $U$  – напряжение между электродами, В.

$j_{i1}$  – плотность ионного тока в полости технологического экрана,  $mA/cm^2$ ;

Тепловой поток в ТР от высокоэнергичных ионов вне технологического экрана к обрабатываемой поверхности выражается:

$$q_2 = j_{i2} \cdot U, \quad (3.21)$$

где  $j_{i2}$  – плотность ионного тока в тлеющем разряде вне экрана,  $mA/cm^2$ .

При ЛИА величина  $U$  постоянная, а  $j_{i1} > j_{i2}$ , поэтому скорость нагрева поверхности детали и, следовательно, тепловая нагрузка под технологическим экраном всегда выше, чем на остальных участках. В выражениях плотность

ионов, бомбардирующих поверхность обрабатываемой детали в процессе ИА учитывается через плотность ионного тока  $j_i$ , а их энергетическая составляющая – через разность потенциалов между электродами  $U$ . Плотность тока в ТР в прикатодной области при ИА составляет  $1-3 \text{ mA/cm}^2$  [156]. Доказано [157], что плотность тока в ТР с ПК больше в  $\sim 3$  раза, чем в обычном ТР, и может достигать до  $10 \text{ mA/cm}^2$ . При этом разность потенциала между электродами составляет 400-600 В.

Разработанная компьютерная модель позволила получить распределение температурного поля в детали «Шестерня» (рисунок 3.14) при ЛИА с ПК после 8 ч обработки.

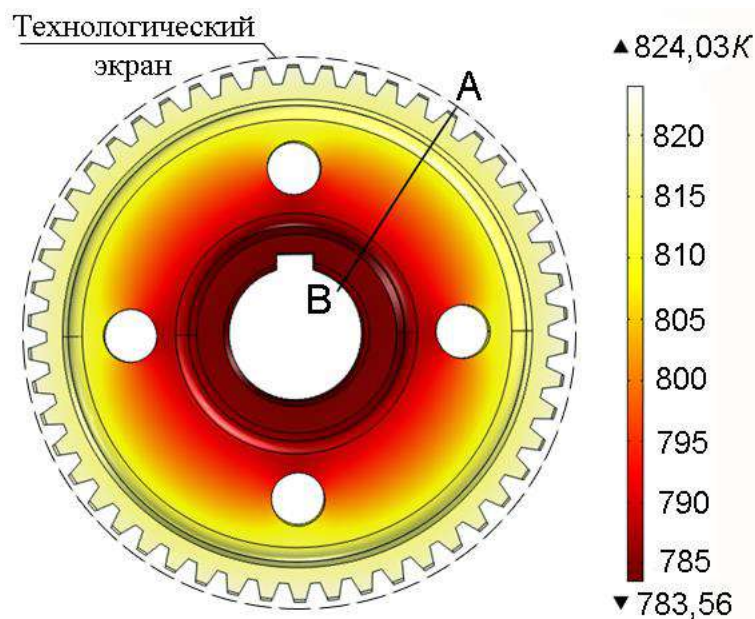


Рисунок 3.14 – Расчетное распределение температуры на поверхности детали «Шестерня» при ЛИА с ПК [68]

Установлено, что в процессе ЛИА с ПК распределение температуры по всей поверхности детали неравномерное (рисунок 3.14) Разность температур между самыми отдаленными участками детали (точка А и В на рисунке 3.14) составила  $\sim 35-40 \text{ K}$ . Величина разности температур при ЛИА с ПК зависит от конфигурации детали и ее габаритных размеров. Технологические параметры процесса ИА были подобраны таким образом, чтобы максимальная

температура была на зубчатом венце в зоне проявления ЭПК и составляла  $\sim 823 \text{ K}$  ( $550^\circ\text{C}$ ) [32].

В процессе ЛИА важно контролировать температуру детали в течение всего процесса обработки. Процесс ЛИА условно можно разделить на несколько этапов: нагрев, выдержка и охлаждение обрабатываемых деталей. На рисунке 3.15 изображены теоретические (кривые 1, 2) и экспериментальные (кривые 3, 4) графики изменения температуры  $T$  детали в двух крайних точках А и В в процессе ЛИА с ПК.

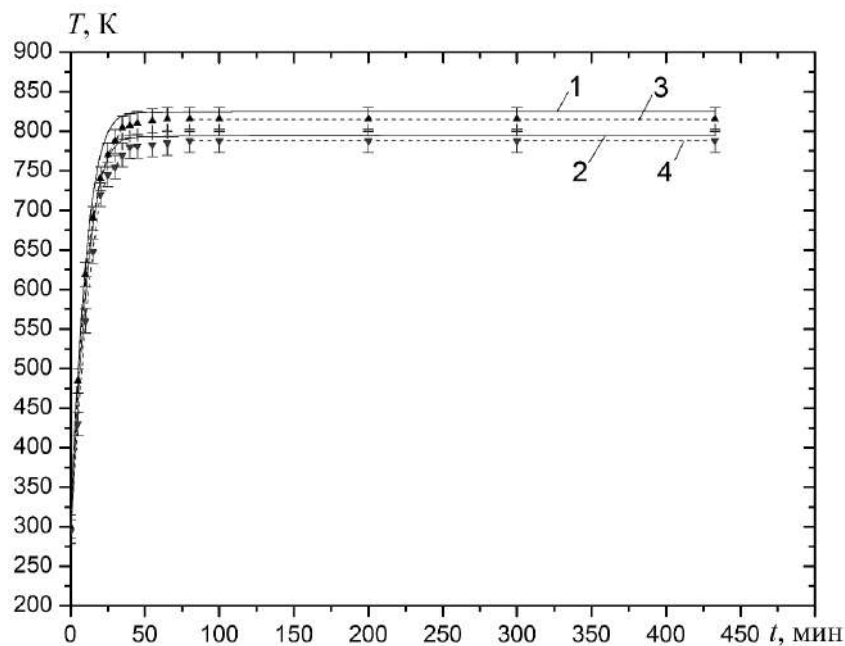


Рисунок 3.15 – График изменения температуры поверхности детали «Шестерня» от времени при ЛИА с ПК в точках А (кривые 1, 3) и В (кривые 2, 4):

1, 2 – теоретические кривые; 3, 4 – экспериментальные кривые [68]

На графике (рисунок 3.15) можно выделить два участка: I – участок интенсивного нагрева детали (выхода на режим) до температуры азотирования, когда подвод тепловой энергии  $q_1$  и  $q_2$  от бомбардирующих поверхность ионов рабочего газа больше излучающейся энергии  $q$ . Длительность нагрева обрабатываемой поверхности до температуры насыщения составляет 45 минут (скорость нагрева составляет  $0,2 \text{ K/сек.}$ ). II – участок с неизменной температурой (горизонтальный участок на графике) до

завершения обработки, на которой устанавливается равновесие между подводом тепловой энергии от высокоэнергичных ионов  $q_1$  и  $q_2$  и отводом тепловой энергии излучением  $q$  от поверхности в окружающее пространство. При этом температура самого «холодного» участка детали составляет 783 К (510°C). Анализ полученных графиков показал хорошую сходимость данных, полученных в результате моделирования и экспериментов [68].

После ЛИА с ПК производится замедленное охлаждение садки в вакуумной камере. На рисунке 3.16 изображены теоретическая и экспериментальная зависимости температуры обрабатываемой поверхности детали (точка А) в процессе охлаждения в вакуумной камере от времени. В этом случае подвод тепловой энергии  $q_1$  и  $q_2$  прекращается и деталь остывает за счет отвода тепловой энергии излучением от поверхности в окружающее пространство [32].

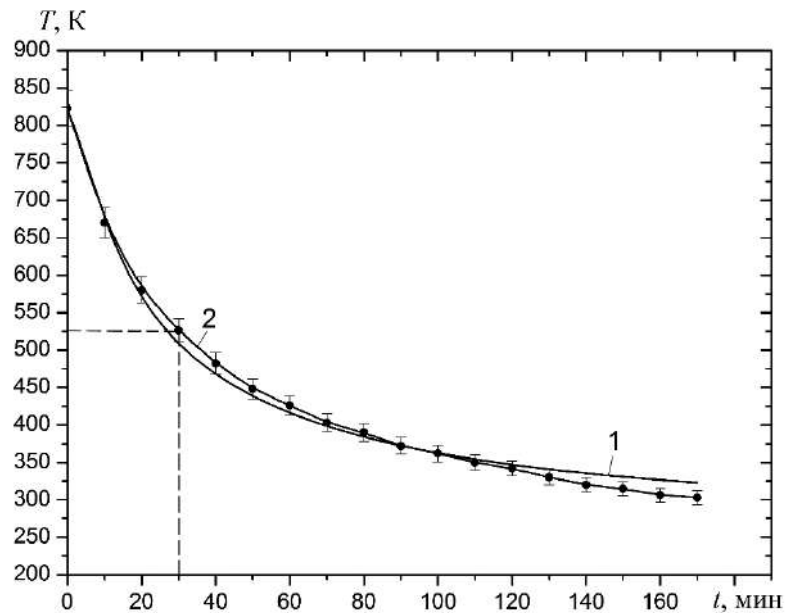


Рисунок 3.16 – График изменения температуры поверхности детали от времени при охлаждении (точка А): 1 – теоретическая кривая; 2 – экспериментальная кривая [68]

Анализ графика (рисунок 3.16) показал экспоненциальную зависимость изменения температуры при охлаждении садки. Рекомендуемая температура охлаждения садки после ИА составляет 300-350 °С и подбирается

индивидуально исходя из особенностей конфигурации деталей и требований, предъявляемых к поверхности. В случае обработки сложнопрофильных, тонкостенных и высокоточных деталей, склонных к короблению, рекомендуется выдерживать садку в вакуумной камере до температуры 523 К (250°C). Исходя из полученной зависимости (рисунок 3.16) длительность охлаждения обрабатываемой поверхности детали «Шестерня» составляет ~ 30 мин. График имеет практическое применение и позволяет подобрать длительность выдержки садки после завершения процесса ЛИА с ПК для деталей любой конфигурации [181].

### 3.2.3. Компьютерное моделирование диффузионных процессов при ионном азотировании в тлеющем разряде с повышенной плотностью

Конечным результатом процесса ИА является обеспечение требований конструкторской документации по толщине диффузионного слоя и поверхностной микротвердости. Поэтому с целью прогнозирования толщины диффузионной зоны при ИА была разработана компьютерная модель на основе расчета дифференциальных уравнений в частных производных, решаемых МКЭ, которая позволяет проводить предварительные расчеты результатов обработки без дополнительных экспериментов для деталей любых конфигураций из сталей.

Моделирование процесса диффузии в металле основывается на уравнениях трехмерной диффузии Фика [131]:

$$\frac{\partial C}{\partial t} + \nabla \cdot (-D \nabla c) = 0. \quad (3.22)$$

При моделировании используются граничные условия третьего рода [131]:

$$(-D \nabla c) \cdot n = k_m (c - c_1), \quad (3.23)$$

где  $k_m$  – коэффициент переноса массы, м/с.

Коэффициент диффузии  $D$ , согласно закону Аррениуса, определяется [131]:

$$D = D_0 \exp(-Ea/RT), \quad (3.24)$$

где  $D_0$  – предэкспоненциальный множитель (фактор диффузии);

$Ea$  – энергия активации, Дж;

$T$  – температура процесса, К;

$R$  – универсальная газовая постоянная, равная 8,31 Дж/моль·К.

Коэффициент диффузии  $D$  является количественной характеристикой скорости диффузии и зависит от свойств материала и диффундирующих частиц, а также температуры процесса насыщения. Величины, энергия активации и предэкспоненциальный множитель, не зависят от температуры и приведены в справочных данных. Температурная зависимость коэффициента диффузии азота для различных фаз азотированного слоя описывается [56]:

$$D^{\alpha_N} = 6,6 \cdot 10^{-3} \exp(-77820/RT), \text{ см}^2/\text{с} \quad (3.25)$$

$$D^{\gamma_N} = 2,45 \cdot 10^{-7} \exp(-39080/RT), \text{ см}^2/\text{с} \quad (3.26)$$

$$D^{\epsilon_N} = 4,43 \cdot 10^{-3} \exp(-11380/RT), \text{ см}^2/\text{с} \quad (3.27)$$

Из приведенных выражений следует, что диффузионная подвижность азота в твердом растворе заметно больше чем в нитридных фазах [122].

Следует отметить, что при ИА легирующие элементы стали влияют на растворимость азота в  $\alpha$ ,  $\gamma'$ ,  $\epsilon$  фазах и на скорость протекания диффузионных процессов. Влияние легирующих элементов на коэффициент диффузии азота учитывается коэффициентом легирования ( $\eta_{L_i}^{D_N}$ ) и определяется по формуле [122]:

$$D_N^{\alpha} = \eta_{L_1}^{D_N} \eta_{L_2}^{D_N} \dots \eta_{L_n}^{D_N} D_N. \quad (3.28)$$

Коэффициент легирования в зависимости от концентрации легирующих элементов [122]:

$$\ln \eta_{L_i}^{D_N} = \frac{B(\%L)^n}{T}, \quad (3.29)$$

где  $B$  – постоянный коэффициент.

В работе [122] приведены зависимости коэффициентов легирования от концентрации легирующих элементов (рисунок 3.17).

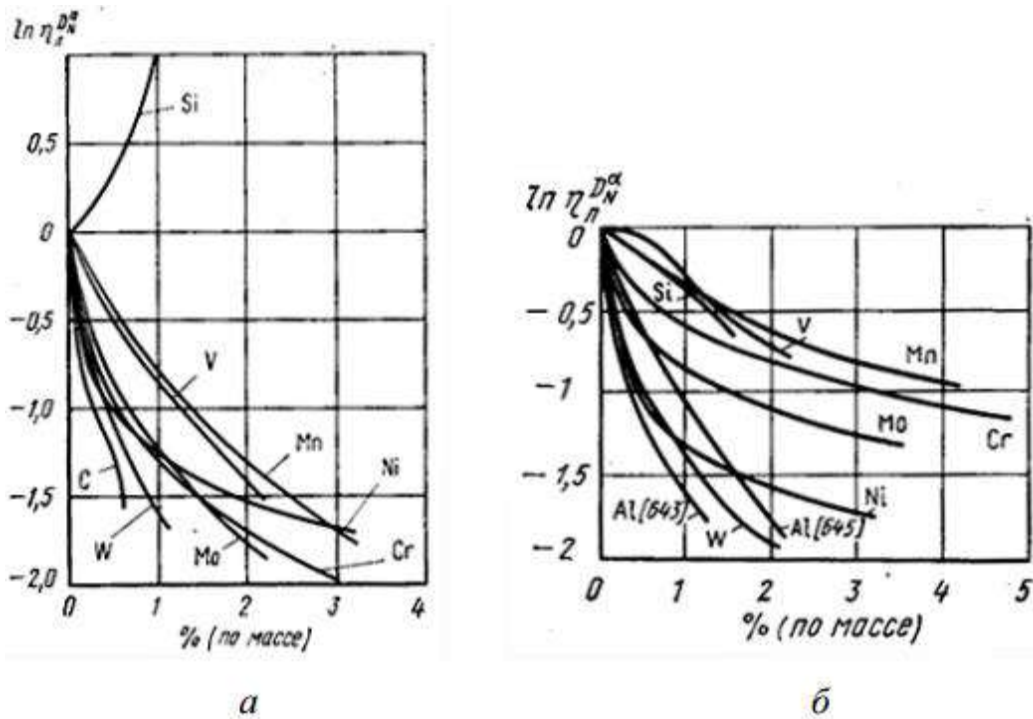


Рисунок 3.17 – Зависимость коэффициентов легирования от концентрации легирующих элементов при  $T=550^{\circ}\text{C}$  с учетом влияния (а) и без учета влияния (б) легирующих элементов на растворимость азота в  $\alpha$  – фазе [122]

Известно, что при адсорбции газов скорость поступления частиц в адсорбированный мономолекулярный слой (монослой) определяется выражением [138]:

$$V_{\text{адс}} = 3,51 \cdot 10^{22} p / (TM)^{\frac{1}{2}}, \quad (3.30)$$

где  $p$  – давление в камере, *Torr*;

$T$  – температура поверхности, *K*;

$M$  – молекулярная масса, *г/моль*.

Для молекулярного азота при температуре  $T=293\text{ K}$  и давлении  $p=1\text{ Torr}$  скорость поступления частиц в адсорбированный слой составляет  $V_{\text{адс}} = 3,88 \cdot 10^{22}\text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ , а время формирования монослоя ( $10^{15} \dots 2 \cdot 10^{15}\text{ атом/см}^2$ ) –  $3 \cdot 10^{-6}\text{ с}$  [138]. Таким образом можно считать, что адсорбированный монослой на обрабатываемой поверхности формируется мгновенно.

Период бомбардировки  $t_6$  одного места в монослое определяется [138]:

$$t_6 = \frac{1}{0,624 \cdot 10^{15} d^2 j'} \quad (3.31)$$

где  $d$  – диаметр частицы,  $m$ ;

$j$  – плотность тока,  $A/m^2$ .

Суммарная энергия бомбардирующих частиц определяется как [156]:

$$\Sigma Q = \Sigma_j \frac{m_j \vartheta_j^2}{2}, \quad (3.32)$$

где  $m_j$  – масса  $j$ -ой бомбардирующей частицы,  $кг$ ;

$\vartheta_j$  – скорость  $j$ -ой бомбардирующей частицы,  $м/с$ .

Примем, что заряженные частицы двигаются в постоянном электрическом поле ( $H = \text{const} = 0$  и  $\frac{\partial H}{\partial t} = 0$ ), а так же, что электрическое поле постоянно во времени и потенциально:  $E = -\nabla\varphi$ . В этом случае уравнение движения примет вид [156]:

$$a \equiv \frac{d^2 r}{dt^2} = \frac{q}{m} E, \quad (3.33)$$

где  $E$  – потенциал электрического поля,  $B$ ;

$r$  – радиус вектор,  $м$ ;

$q$  – заряд частицы,  $Кл$ .

Отсюда следует, что скорость движения в каждой точке определяется по абсолютной величине только пройденной разностью потенциалов и не зависит от конфигурации поля (от вида функции  $E(r)$ ) [156]:

$$\vartheta \equiv \left| \frac{dr}{dt} \right| = \sqrt{\vartheta_1^2 + \frac{2q}{m} (\varphi_1 - \varphi)} \quad (3.34)$$

где  $\vartheta_1$  – начальная скорость частицы,  $м/с$ ;

$\varphi_1 - \varphi$  – падение потенциала на расстоянии  $r$ ,  $B$ :

$$\varphi_1 - \varphi = U \quad (3.35)$$

Считаем, что начальная кинетическая энергия  $\frac{m\vartheta^2}{2}$  мала по сравнению с положительной работой поля над движущейся частицей  $qU$ , тогда [156]:



$$\vartheta \approx \sqrt{\frac{2qU}{m}}. \quad (3.36)$$

На рисунке 3.18 показана схема распределения концентрации насыщающего элемента на поверхности детали.

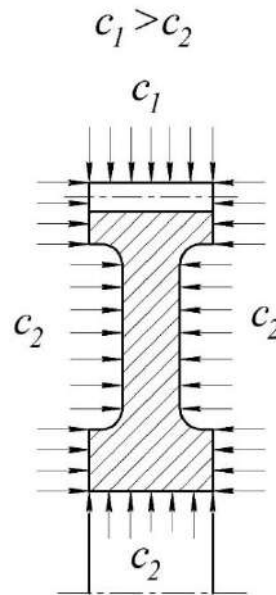


Рисунок 3.18 – Схема распределения концентрации насыщающего элемента на поверхности детали [32]

В результате расчетов модели была получена зависимость изменения концентрации насыщающего элемента по глубине диффузионного слоя участка детали, азотированного с ПК (рисунок 3.19).

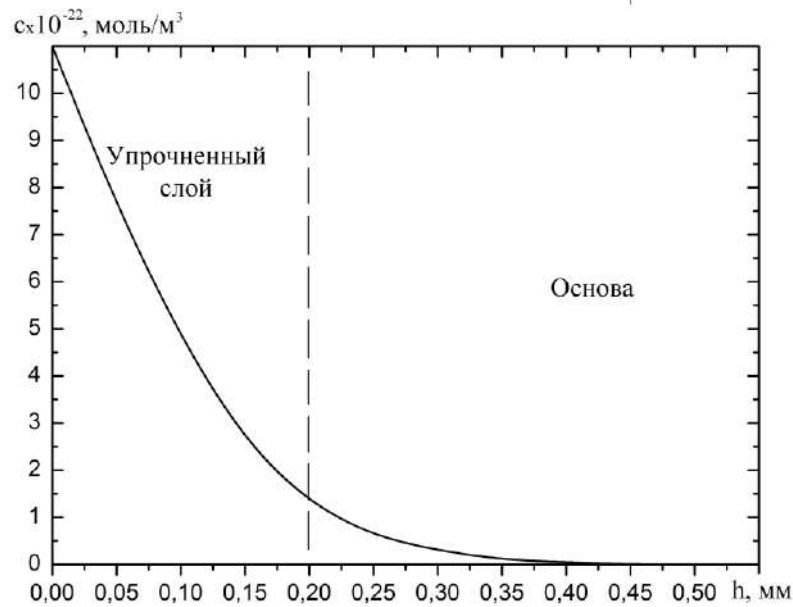


Рисунок 3.19 – Расчетное изменение концентрации насыщающего элемента (азота) по глубине диффузионного слоя для стали марки 38ХМЮА при  $T=550^{\circ}\text{C}$  и  $t=8$  ч [68]

Анализ графика показывает, что глубина диффузионного слоя составляет  $\sim 200$  мкм. Для проверки адекватности расчетом компьютерной модели, было проведено ЛИА образца из стали марки 38ХМЮА в ТР с ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В,  $t=8$  ч [32].

На рисунке 3.20 показана фотография микроструктуры стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК.

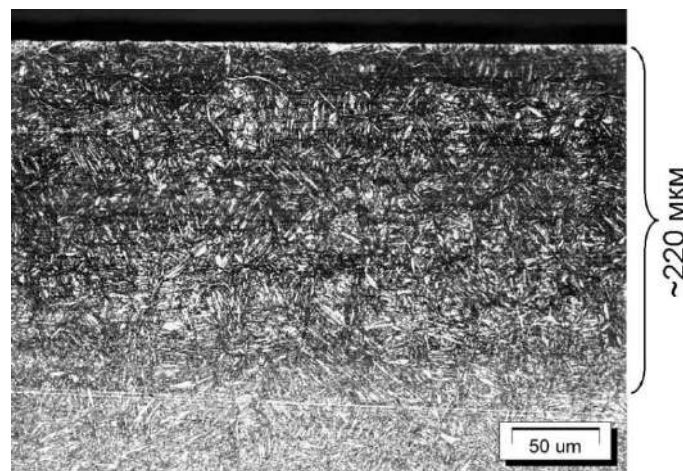


Рисунок 3.20 – Микроструктура стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК [68]

Исследование микроструктуры образца (рисунок 3.20) после ЛИА с ПК показало наличие диффузионного слоя протяженностью ~ 220 мкм.

Для определения толщины упрочненного слоя были проведены измерения микротвердости по глубине азотированного слоя на поперечном шлифе образца (рисунок 3.21).

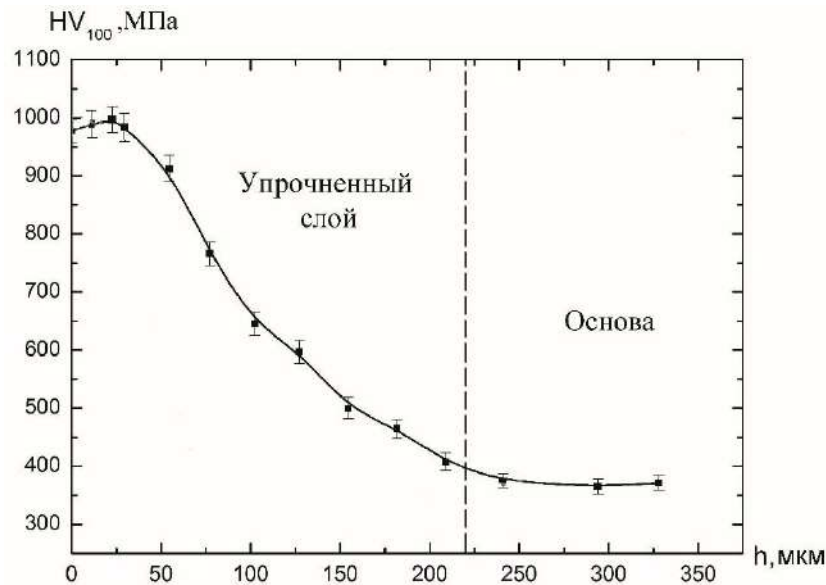


Рисунок 3.21 – Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя образца из стали марки 38ХМЮА [68]

Измерение микротвердости показало, что глубина упрочненного слоя не превышает ~ 220 мкм. Таким образом, из экспериментальных данных видно хорошее сходство с результатами расчетов [32].

### 3.3 Математическое моделирование процесса нагрева детали при ионном азотировании методом регрессионного анализа

Как правило, при ИА температура поверхности детали обеспечивается технологическими параметрами процесса, такими как напряжение между электродами, давление в рабочей камере, состав и соотношение элементов многокомпонентной газовой смеси. При этом изменение одного параметра

влияет на все остальные. При освоении процесса ИА новых изделий зачастую режимы процесса подбираются на основе накопленного опыта или путем натуральных испытаний, что является длительным по времени и затратным процессом.

Поэтому с целью экспресс назначения технологических режимов процесса ИА, обеспечивающих требуемую температуру обрабатываемой детали, была разработана математическая модель на основе регрессионного анализа. В работе применялся экспериментально-статистический метод (метод «черного ящика») (рисунок 3.22), позволяющий получить математическое описание влияния технологических параметров процесса ИА на температуру подложки без учета физической сущности процессов, протекающих в исследуемом объекте. Это позволит установить взаимосвязь только на основе входных и выходных параметров [186].

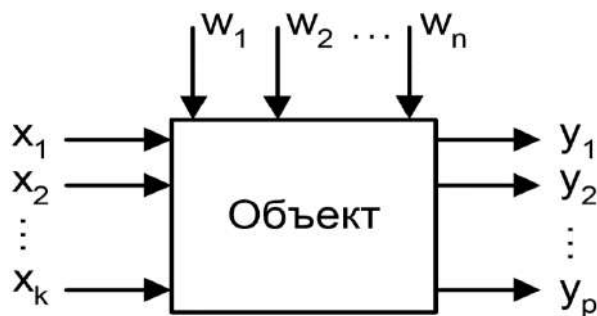


Рисунок 3.22 – Структура экспериментально-статистического метода:  $x_i$  – входные факторы,  $y_i$  – значение функции отклика,  $w_i$  – случайные возмущающие воздействия [186]

Входными факторами, влияющими на температуру детали при ИА, являются: напряжение между электродами, давление в рабочей камере, состав и соотношение элементов многокомпонентной газовой смеси [138]. При таком количестве независимых входных факторов целесообразно применение метода полного факторного эксперимента (ПФЭ) [162]. Данный метод, основанный на множественной регрессии, позволяет не только получить

аналитическое уравнение, но и сократить количество необходимых экспериментов.

Таким образом, совместное применение методов ПФЭ и «черного ящика», обеспечивает получение функции влияния внешних факторов ионного процесса на температуру подложки. Общий вид функции представлен формулой [162]:

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^K b_i x_i + \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq k}}^n b_j c_i + \sum_{i=1}^n w_i, \quad (3.37)$$

где  $y$  – функция отклика;

$x_i$  – входные факторы;

$K$  – число факторов;

$n$  – число экспериментов по методу ПФЭ;

$c_i$  –  $i$ -ый элемент множества сочетаний входных факторов;

$w_i$  – случайные ошибки наблюдения.

Согласно методу ПФЭ такой вид модели представляет собой результат разложения полинома функции отклика в ряд Фурье. Следовательно, каждый фактор ионного процесса  $x_i$  должен иметь общую область определения. Пределы значений параметров ионного процесса должны быть установлены до проведения эксперимента. Кроме того, количественное описание элементов газовой смеси приводит к возникновению недопустимой для метода линейной зависимости между факторами уравнения.

Для исключения линейной связи концентраций элементов газа произведена замена количественных параметров водорода и азота на безразмерный коэффициент  $k$ , показывающий их соотношение:

$$k = \frac{\mu H_2}{\mu N_2}. \quad (3.38)$$

Данный подход позволяет не только устранить линейную зависимость входных факторов, но и учесть различные химические составы газовой смеси:  $N-H-Ar$  и  $N-Ar$ .

Учет водородного азотирования является положительным свойством математической модели в связи с интенсификацией процесса при его использовании [185].

Таким образом, входными факторами для модели температуры подложки при ИА являются [186]:

- разность потенциалов, приложенная к подложке и корпусу установки ( $U, В$ );
- вакуумное давление в камере ( $P, Па$ );
- концентрация аргона ( $\mu Ar, \%$ );
- безразмерный коэффициент  $k$ .

Границы определения факторов были назначены благодаря накопленным статистическим данным.

Краевые точки областей определения факторов представлены в табл. 1.

Таблица 3.2 - Краевые точки областей определения входных факторов [186]

<b>Фактор</b>	<b>Наименьшее значение</b>	<b>Наибольшее значение</b>
$U, В$	400	450
$P, Па$	250	350
$\mu(Ar), \%$	30	80
$k$	0	1

Согласно методу ПФЭ комбинацию входных факторов можно представить как точку в многомерном пространстве, характеризующую состояние системы [199]. Функция влияния входных факторов ионного процесса на температуру подложки определится в 4-мерном пространстве, графическое отображение которого после кодирования факторов будет иметь форму гиперкуба, представленного на рисунке 3.23, где точке  $P$  соответствует максимальное значение функции отклика, точке  $A$  – минимальное.

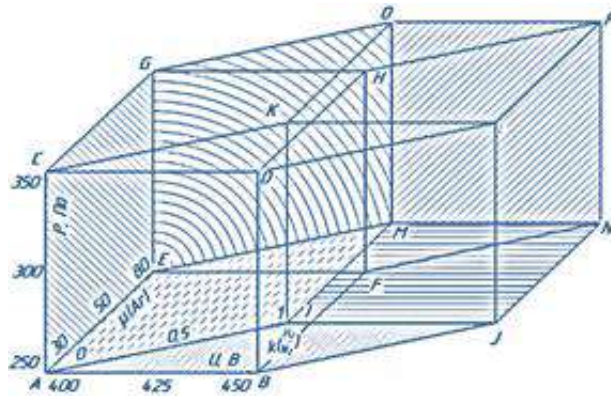


Рисунок 3.23 – Гиперкуб пространства определения функции отклика [186]

Кодирование факторов производится согласно методу ПФЭ по формуле [162]:

$$z_i = \frac{x_i - x_{cp}}{\Delta x}, \quad (3.39)$$

где  $x_{cp}$  - среднее значение фактора,  $\Delta x$  – дисперсия фактора.

Данное преобразование осуществляется ввиду ограниченности ряда Фурье на интервале  $[-1;1]$  и позволяет привести входные факторы к общей области определения.

Доказательства адекватности полученного уравнения влияния параметров ИА на температуру подложки осуществляются по F-критерию Фишера [162]:

$$F \geq \frac{S_{ab}^2}{S_b^2}, \quad (3.40)$$

где  $F$  – критерий Фишера ( $F = 19$  при доверительной вероятности  $\beta$  (чаще всего равной 0,95) [186]);

$S_{ab}^2$  – дисперсия адекватности;

$S_b$  – величина ошибки коэффициентов  $b_i$ .

Согласно вышеописанной методике, была проведена серия экспериментов для получения требуемой выборки данных.

Таблица 3.3 – Результаты эксперимента [186]

<i>№</i>	<i>U, В</i>	<i>P, Па</i>	$k\left(\frac{\mu H_2}{\mu N_2}\right)$	$\mu(\text{Ar}), \%$	<i>T, °C</i>
1	-1	-1	-1	-1	432
2	-1	-1	1	1	571
3	-1	-1	-1	1	472
4	-1	-1	1	-1	442
5	1	-1	-1	-1	609
6	1	-1	1	1	794
7	1	-1	-1	1	754
8	1	-1	1	-1	627
9	-1	1	-1	-1	442
10	-1	1	1	1	690
11	-1	1	-1	1	536
12	-1	1	1	-1	486
13	1	1	-1	-1	706
14	1	1	1	1	950
15	1	1	-1	1	889
16	1	1	1	-1	730
17	0	0	0	0	627

Полученные значения функции отклика ( $T, ^\circ\text{C}$ ) составят исследуемую выборку, качество которой определится согласно критерию Кохрена [199]:

$$G \leq G_T, \quad (3.41)$$

где  $G_T$  - критерий Кохрена ( $G_T=0,3346$  для 2 степеней свободы),  $G$  - отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий выборки.

Под качеством выборки мы будем понимать совокупное значение точности и вероятности, при котором полученные значения функции отклика достоверно описывают реальные величины нагрева подложки.

Таким образом, утверждение о качестве выборки позволит доказать следующее неравенство (3.41):

$$0,29749 \leq 0,3346.$$



Возможность повторения опыта подтверждается дисперсией всего эксперимента (дисперсией параметров оптимизации  $S^2(y)$ ), которую получают в результате усреднения дисперсий всех итераций [199]. При 2 итерациях,

$$S^2(y) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i^2 = 44,6, \quad (3.42)$$

где  $(S_i^2)$  - сумма всех дисперсий эксперимента.

Таким образом, совокупность значений температуры подложки в процессе ИА, полученную в результате эксперимента, можно признать качественной и доказуемой выборкой, которая пригодна для составления математической модели в заданной области определения.

По полученной выборке эксперимента значения коэффициентов входных факторов  $b_i$  определяются согласно следующей формуле:

$$b_i = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i y_i)}{N}. \quad (3.43)$$

Значимость кодированных коэффициентов регрессии  $b_i$  определяется условием Стьюдента [199]:

$$\frac{|b_i|}{S_b} \geq t_T, \quad (3.44)$$

где  $t_T$  - число Стьюдента (1,746 для 16 степеней свободы и уровня значимости  $\alpha=0,05$ ).

Полученные значения коэффициентов  $b_i$  по (3.43) и прошедшие проверку согласно (3.44), приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 - Значения кодированных коэффициентов  $b_i$  [186]

<i>Коэффициент</i>	<i>Значение</i>	<i>Условие (5)</i>
$b_1(U, B)$	124,25	15,759285 > 1,746
$b_2(P, Па)$	45,5	5,771006 > 1,746
$b_3(k)$	28,125	3,567243 > 1,746
$b_4(\mu(Ar))$	73,875	9,369958 > 1,746

$b_{12}(UP)$	15,875	2,013510 > 1,746
$b_{13}(U\mu(\text{Ar}))$	15,5	1,965947 > 1,746
$b_{34}(k\mu(\text{Ar}))$	16,125	2,045219 > 1,746

Кроме того, из общего уравнения можно исключить значение нулевого коэффициента  $b_0$ , поскольку функция отклика определяет только максимальную стабильную температуру в процессе ИА при заданных постоянных входных факторах.

Таким образом, искомая математическая модель величины нагрева подложки в процессе ИА имеет следующий вид:

$$T^{\circ\text{C}} = 124,25 \cdot U + 45,5 \cdot P + 28,125 \cdot k + 73,875 \mu(\text{Ar}) + 15,875 UP + 15,5U \mu(\text{Ar}) + 16,125 (k \mu(\text{Ar}))$$

Данное уравнение позволяет описать изменение функции отклика относительно ее среднего значения в ранее указанном пространстве ее значений.

Адекватность полученной модели подтверждается согласно (3.40) следующим неравенством [199]:

$$F = 19 \geq \frac{S_{ab}^2}{S_b^2} = 4,5.$$

Таким образом, в результате работы была получена математическая модель, позволяющая определять и прогнозировать температуру подложки с точностью 92%, исходя из входных параметров процесса ИА.

Данную точность можно легко повысить проведением параллельной серии опытов с последующей корректировкой факторных коэффициентов  $b_i$ . Результаты сравнения эмпирических и расчетных данных представлены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Результат сравнения эмпирических и расчетных данных [186]

<i>№</i>	<i>T, °C</i>	<i>T<sub>рас</sub>, °C</i>	<i>Отклонения в %</i>
1	432	402,75	6,77
2	442	426,75	3,45
3	442	462	4,53
4	472	487,25	3,23
5	486	486	0
6	536	546,5	1,96
7	571	575,75	0,83
8	609	588,5	3,37
9	627	612,5	2,31
10	690	635	7,97
11	706	711,25	0,74
12	730	735,25	0,72
13	754	735	2,52
14	794	823,5	3,72
15	889	857,75	3,52
16	950	946,25	0,39
<i>сумма</i>	10130	10032	46,03
<i>Среднее</i>	633,125	627	2,88

Основываясь на коэффициентах значимости  $b_i$  полученной модели, стало возможным сделать следующие выводы [186]:

- Наибольшее влияние на величину нагрева детали оказывает значение приложенной разности потенциалов. Это обусловлено ростом энергии ионов в процессе бомбардировки подложки.
- На значение температуры подложки при ИА существенное влияние оказывают количественные и качественные параметры многокомпонентной газовой смеси.

### 3.4 Разработка программного обеспечения для расчета параметров диффузионного слоя при ионном азотировании

Для разработки программного обеспечения моделирования процесса диффузионного насыщения в зависимости от размера зерна при ИА был выбран язык программирования общего назначения Java.

Коэффициент диффузии  $D$  определяется свойствами среды и типом диффундирующих частиц. Для установления взаимосвязи между коэффициентом диффузии  $D$  и размерами зерна обрабатываемого материала необходимо рассмотреть два различных режима диффузии: диффузия из одного зерна в другое и вдоль границ зерен с двумя различными локальными коэффициентами диффузии  $D_g$  и  $D_{gb}$  соответственно [28].

Эта модель предполагает:

- диффузия из зерна в границы зерен;
- диффузия из границ зерен в зерно.

В качестве начального условия была выбрана нулевая концентрация диффузантных атомов во всем объеме.

Граничные условия для данной модели следующие: атомы адсорбируются на поверхности; те атомы, которые достигают нижнего краевого слоя, могут десорбироваться. Десорбция с боковых краевых слоев исключена. Удаление и прибытие частиц с боковых поверхностей исключено или незначительно.

В данной работе рассматривается гексагональная структура зерна (рисунок 3.24). Размер такого зерна характеризуется окружностью, описанной вокруг его контура (рисунок 3.25).

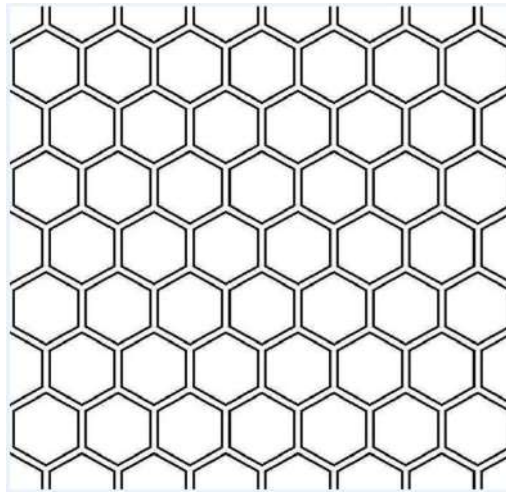


Рисунок 3.24 – Гексагональная структура зерна

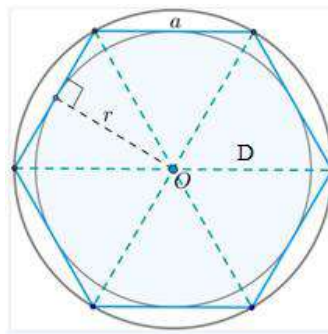


Рисунок 3.25 – Описанная окружность вокруг правильного шестиугольника

Существует несколько моделей для расчета диффузионной способности гетерогенного материала как функция от его размера зерна. Модель Харта рассматривает параллельные границы зерен ориентированные в направлении диффузии. Согласно [28], предложено расширение уравнения Харта на основе численного исследования объема с конечно-элементным анализом, который учитывает границы зерен, случайно ориентированные, по сравнению с направлением диффузии. Согласно [28], коэффициент диффузии равен:

$$D = D_g + q \frac{\beta \delta}{d + \beta \delta} (D_{gb} - D_g), \quad (3.45)$$

где  $q = 0,5$  и  $\beta = 0,5$  – морфологические параметры в зависимости от морфологии зерна, согласно [14] значения вычислены численно;

$\delta = 0,5$  нм – размер границы между зернами, согласно [12];

$d$  – размер зерна материала.

Примем значение коэффициента диффузии из зерна в зерно равным:

$$D_g = D_N^\alpha. \quad (3.46)$$

Коэффициент диффузии азота согласно [122] равен:

$$D_N^\alpha = 6,6 \cdot 10^{-3} \exp\left(-\frac{18600}{RT}\right) \eta_{Li}^{D_N} \quad (3.47)$$

Согласно [28] примем значение зернограничной диффузии равной  $3.3 \cdot 10^{-11} \text{ м}^2/\text{с}$ .

На рисунке 3.26 приведен интерфейс разработанного программного обеспечения. Для удобства выбора размера зерна и его визуализации создан ползунок и графическое окно, на котором виден размер зерна. Изменяя значение параметра размера зерна, меняется его графическое представление.

Следующим шагом является выбор легирующих элементов и ввод их процентного содержания в материале. Следует вводить значения только тех элементов, которые присутствуют при легировании (рисунок 3.26).

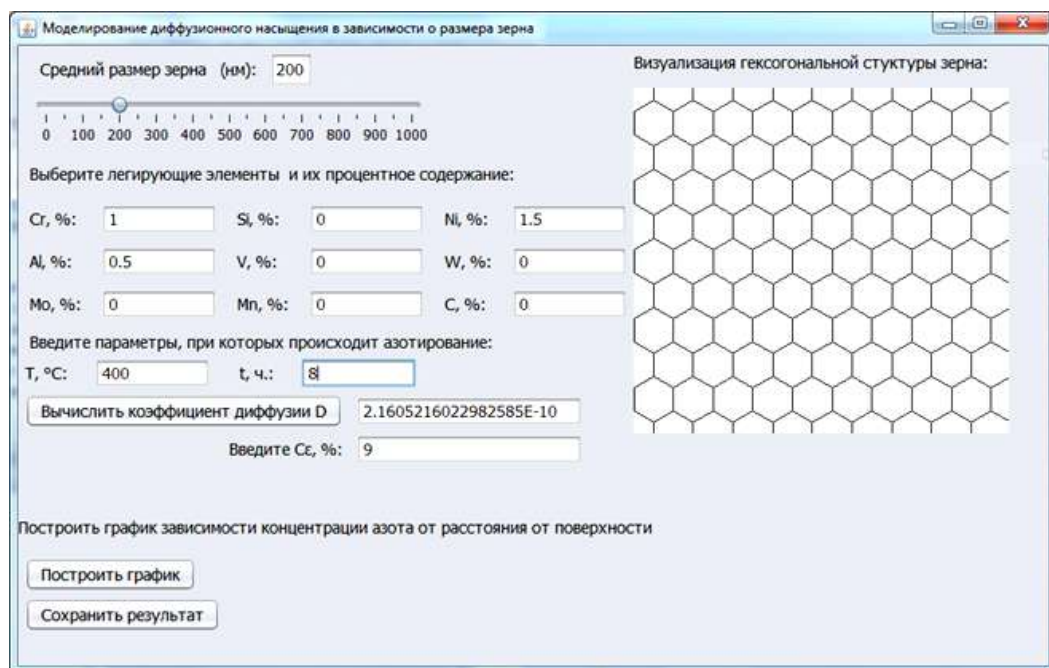


Рисунок 3.26 – Интерфейс программы для расчета параметров диффузионного насыщения при ИА в зависимости от размера зерна обрабатываемого материала

Далее вводим технологические параметры, при которых производится процесс ИА. Данные значения необходимы для дальнейших вычислений.



2,1	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7	3,8	3,9	4
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
-1,45	-1,5	-1,55	-1,6	-1,63	-1,65	-1,72	-1,75	-1,77	-1,8	-1,85	-1,9	-1,92	-1,97	-2	-2,05	-2,07	-2,1	-2,15	-2,2
-1,2	-1,25	-1,3	-1,35	-1,4	-1,45	-1,5	-1,55	-1,6	-1,65	-1,7	-1,73	-1,75	-1,77	-1,85	-1,87	-1,9	-1,92	-1,95	-2
-1,56	-1,58	-1,6	-1,62	-1,65	-1,66	-1,67	-1,68	-1,69	-1,7	-1,71	-1,72	-1,73	-1,74	-1,75	-1,76	-1,77	-1,78	-1,79	-1,8
-1,71	-1,73	-1,75	-1,79	-1,8	-1,84	-1,87	-1,9	-1,95	-1,99	-2,05	-2,12	-2,13	-2,14	-2,15	-2,16	-2,17	-2,18	-2,19	-2,2
-1,85	-1,89	-1,9	-1,95	-2	-2,02	-2,04	-2,06	-2,08	-2,1	-2,12	-2,14	-2,16	-2,18	-2,2	-2,22	-2,24	-2,26	-2,28	-2,4
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Вычислим  $\eta_{\text{ли}}^{\text{D}_N}$  по формуле (3.48) для каждого значения процентного содержания и запишем в таблице 3.7.

$$\eta_{\text{ли}}^{\text{D}_N} = 10^{\ln \eta_{\text{ли}}^{\text{D}_N}}. \quad (3.48)$$

Таблица 3.7 – Значения  $\eta_{\text{ли}}^{\text{D}_N}$  [122]

Элемент / % содержания по массе	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	1,9	2
	Si	1,122	1,259	1,413	1,585	1,995	2,818	3,981	6,607	7,943	9,772	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
V	0,794	0,631	0,501	0,398	0,282	0,269	0,224	0,178	0,158	0,141	0,135	0,112	0,089	0,076	0,063	0,056	0,050	0,045	0,043	0,040
Mn	0,794	0,750	0,562	0,447	0,398	0,355	0,316	0,282	0,251	0,224	0,200	0,178	0,158	0,141	0,126	0,112	0,100	0,089	0,079	0,071
Ni	0,501	0,355	0,224	0,141	0,100	0,089	0,079	0,063	0,056	0,050	0,048	0,046	0,044	0,042	0,040	0,035	0,032	0,030	0,029	0,028
Cr	0,501	0,355	0,224	0,141	0,126	0,100	0,071	0,063	0,056	0,045	0,040	0,035	0,032	0,030	0,028	0,027	0,025	0,024	0,022	0,020
Mo	0,646	0,562	0,316	0,251	0,158	0,126	0,112	0,100	0,079	0,063	0,050	0,040	0,032	0,028	0,025	0,022	0,020	0,018	0,017	0,016
W	0,316	0,251	0,158	0,079	0,063	0,050	0,040	0,032	0,028	0,025	0,022	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
C	0,178	0,158	0,126	0,079	0,040	0,032	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
Al	0,316	0,178	0,158	0,100	0,063	0,050	0,040	0,032	0,028	0,025	0,020	0,018	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

2,1	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7	3,8	3,9	4
1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
0,035	0,032	0,028	0,025	0,023	0,022	0,019	0,018	0,017	0,016	0,014	0,013	0,012	0,011	0,010	0,009	0,009	0,008	0,007	0,006
0,063	0,056	0,050	0,045	0,040	0,035	0,032	0,028	0,025	0,022	0,020	0,019	0,018	0,017	0,014	0,013	0,013	0,012	0,011	0,010
0,028	0,026	0,025	0,024	0,022	0,022	0,021	0,021	0,020	0,020	0,019	0,019	0,019	0,018	0,018	0,017	0,017	0,017	0,016	0,016
0,019	0,019	0,018	0,016	0,016	0,014	0,013	0,011	0,010	0,009	0,008	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,006	0,006
0,014	0,013	0,013	0,011	0,010	0,010	0,009	0,009	0,008	0,008	0,008	0,007	0,007	0,007	0,006	0,006	0,006	0,005	0,005	0,004
1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

Далее, с использованием введенных пользователем данных и данных согласно таблице 3.7, вычисляется коэффициент диффузии и выводится в окно. После поглощения поверхностью образца, азот диффундирует в объем и образует градиент концентрации.

Согласно [30], представленная модель дает возможность количественно моделировать кинетику образования азотированных слоев в разных условиях эксперимента.



Рассмотрим одномерный случай, когда концентрация меняется только вдоль оси  $x$ . Процессы в каждой фазе описываются уравнениями [30]:

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = D_i \frac{\partial^2 C_i}{\partial x^2}, \quad i = \alpha, \gamma, \varepsilon, \quad (3.49)$$

где  $D_i$  - коэффициенты диффузии.

Рассмотрим два этапа. Первый этап – образование  $\alpha$ -фазы и процессов на поверхности металла. Для этого этапа запишем начальные и граничные условия, формулы (3.50) – (3.52) [30]:

$$C(x, 0) = C_0, \quad 0 < x < \infty, \quad (3.50)$$

$$D \frac{\partial C(0, t)}{\partial x} = \alpha (C(0, t) - C_{eq}), \quad t > 0, \quad (3.51)$$

$$C(x \rightarrow \infty, t) = 0, \quad t > 0, \quad (3.52)$$

где  $\alpha$  - кинетическая константа реакции.

Решение уравнения диффузии для  $\alpha$ -фазы с условиями (3.50) - (3.52) представляет собой формулу (3.53) [30]:

$$\frac{C - C_{eq}}{C_0 - C_{eq}} = \operatorname{Erfc} \left( \frac{x}{2\sqrt{D_\alpha t}} \right) + \exp \left( \frac{\alpha x}{D_\alpha} + \frac{\alpha^2 t}{D_\alpha} \right) \times \operatorname{Erfc} \left( \frac{x}{2\sqrt{D_\alpha t}} + \alpha \sqrt{\frac{t}{D_\alpha}} \right). \quad (3.53)$$

Пройдет некоторое время  $t^*$  пока концентрация на поверхности не достигнет  $C_s$ . Это значение сохраняется во время процесса. Такое поведение концентрации на поверхности вызвано эффектами поглощения. Схематично это показано на рисунке 3.28.

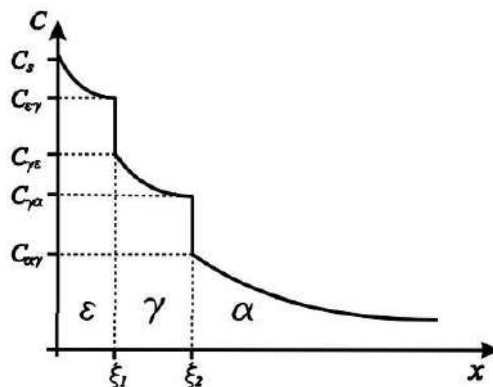


Рисунок 3.28 – Схема роста фаз при азотировании [30]

Время  $t^*$  можно получить из трансцендентного уравнения [30]:

$$\frac{C_s - C_{eq}}{C_0 - C_{eq}} = \exp\left(\frac{\alpha^2 t^*}{D_\alpha}\right) \cdot \operatorname{Erfc}\left(\alpha \sqrt{\frac{t^*}{D_\alpha}}\right). \quad (3.54)$$

Выводится распределение концентрации в начале второго этапа путем подстановки этого значения времени в решение (3.53).

Второй этап включает в себя формирование и рост новых слоев. Необходимо переопределить решение для  $\alpha$ -фазы, найти решения для  $\gamma$ - и  $\varepsilon$ -фазы, а также найти уравнения для межфазного граничного движения. Обычно решения можно найти в такой форме [30]:

$$C_i(x, t) = A_i + B_i \cdot \operatorname{Erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_i t}}\right), \quad (3.55)$$

где  $A_i$  и  $B_i$  - константы, которые определяются из граничных условий.

Запишем эти граничные условия, формулы (3.56) – (3.58) [30]:

$$\begin{cases} C_\alpha(\xi_2, t) = C_{\alpha\gamma}; \\ C_\alpha(\infty, t) = 0; \end{cases} \quad (3.56)$$

$$\begin{cases} C_\gamma(\xi_1, t) = C_{\gamma\varepsilon}; \\ C_\gamma(\xi_2, t) = C_{\gamma\alpha}; \end{cases} \quad (3.57)$$

$$\begin{cases} C_\varepsilon(0, t) = C_s; \\ C_\varepsilon(\xi_1, t) = C_{\varepsilon\gamma}. \end{cases} \quad (3.58)$$

Далее запишем формулы:

$$C_\alpha(x, t) = \frac{C_{\alpha\gamma}}{\operatorname{Erfc}\left(\frac{\xi_2}{2\sqrt{D_\alpha t}}\right)} \operatorname{Erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_\alpha t}}\right), \quad (3.59)$$

$\xi_2 < x < \infty$

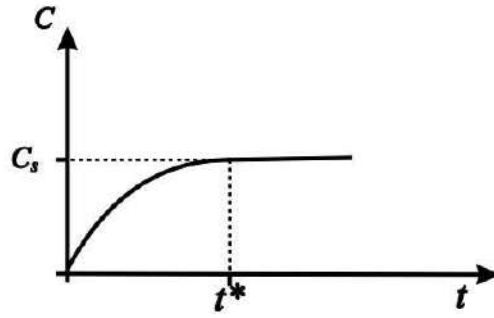


Рисунок 3.29 – Схема роста концентрации на поверхность на первом этапе [30]

$$C_{\gamma}(x,t) = C_{\gamma\varepsilon} - \frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha}}{\operatorname{Erf}\left(\frac{\xi_1}{2\sqrt{D_{\gamma}t}}\right) - \operatorname{Erf}\left(\frac{\xi_2}{2\sqrt{D_{\gamma}t}}\right)} \times$$

$$\times \left( \operatorname{Erf}\left(\frac{\xi_1}{2\sqrt{D_{\gamma}t}}\right) - \operatorname{Erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{\gamma}t}}\right) \right), \quad \xi_1 < x < \xi_2, \quad (3.60)$$

$$C_{\varepsilon}(x,t) = C_s + \frac{C_{\varepsilon\gamma} - C_s}{\operatorname{Erf}\left(\frac{\xi_1}{2\sqrt{D_{\varepsilon}t}}\right)} \cdot \operatorname{Erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{\varepsilon}t}}\right), \quad (3.61)$$

$$0 < x < \xi_1.$$

Граница фазы, как известно, сдвинута пропорционально квадратному корню времени, формула [30]:

$$\xi_{1,2} = 2b_{1,2}\sqrt{D_{\varepsilon,\gamma}t}. \quad (3.62)$$

У нас есть две пары уравнений для определения неизвестных коэффициентов  $b_{1,2}$ . Первая пара уравнений (3.60) и (3.61) описывает распределение концентрации в  $\varepsilon$ - и  $\gamma$ -фазе. Вторая пара уравнений является уравнением баланса на границе фаз [30]:

$$\begin{cases} (C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon}) \frac{d\xi_1}{dt} = -D_{\varepsilon} \left( \frac{\partial C_{\varepsilon}}{\partial x} \right)_{C_{\varepsilon\gamma}} + D_{\gamma} \left( \frac{\partial C_{\gamma}}{\partial x} \right)_{C_{\gamma\varepsilon}}; \\ (C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma}) \frac{d\xi_2}{dt} = -D_{\gamma} \left( \frac{\partial C_{\gamma}}{\partial x} \right)_{C_{\gamma\alpha}} + D_{\alpha} \left( \frac{\partial C_{\alpha}}{\partial x} \right)_{C_{\alpha\gamma}}. \end{cases} \quad (3.63)$$

Выведем два трансцендентных уравнения для определения  $b_{1,2}$  путем подстановки (3.60) и (3.61) в (3.63) [30]:

$$C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon} = \frac{C_s - C_{\varepsilon\gamma}}{\sqrt{\pi} b_1 \exp(b_1^2) \operatorname{Erf}(b_1)} - \frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha}}{\sqrt{\pi} b_1 \sqrt{\varphi_1} \exp(b_1^2 \varphi_1) \operatorname{Erf}(b_1 \sqrt{\varphi_1})}, \quad (3.64)$$

$$C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma} = \frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha}}{\sqrt{\pi} b_2 \exp(b_2^2) \operatorname{Erf}(b_2)} - \frac{C_{\alpha\gamma} - C_0}{\sqrt{\pi} b_2 \sqrt{\varphi_2} \exp(b_2^2 \varphi_2) \operatorname{Erf}(b_2 \sqrt{\varphi_2})}, \quad (3.65)$$

где  $\varphi_1 = D_\varepsilon / D_\gamma$ ,  $\varphi_2 = D_\gamma / D_\alpha$ .

Таким образом, положения межфазных границ  $\xi_{1,2}$  можно получить из (3.62), если мы определим значения  $b_{1,2}$  из (3.64) и (3.65) в данный момент времени. И если мы знаем положения межфазных границ концентрации, профили могут быть рассчитаны из (3.59) - (3.61) [30].

$$b_1 e^{b_1^2} = \frac{C_s - C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon} + C_{\gamma\alpha}}{(C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon}) \sqrt{\pi}} \quad (3.66)$$

$$b_2 e^{b_2^2} = \frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma} + C_0}{(C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma}) \sqrt{\pi}} \quad (3.67)$$

$$b_1 = \frac{\frac{C_s - C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon} + C_{\gamma\alpha}}{(C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon}) \sqrt{\pi}}}{\frac{\operatorname{LambertW}\left(\frac{C_s - C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon} + C_{\gamma\alpha}}{(C_{\varepsilon\gamma} - C_{\gamma\varepsilon}) \sqrt{\pi}}\right)}{e^{\frac{1}{2}}}} \quad (3.68)$$

$$b_2 = \frac{\frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma} + C_0}{(C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma}) \sqrt{\pi}}}{\frac{\operatorname{LambertW}\left(\frac{C_{\gamma\varepsilon} - C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma} + C_0}{(C_{\gamma\alpha} - C_{\alpha\gamma}) \sqrt{\pi}}\right)}{e^{\frac{1}{2}}}} \quad (3.69)$$

Вычислив положения межфазных границ  $\xi_{1,2}$ , строим график зависимости (рисунок 3.30).

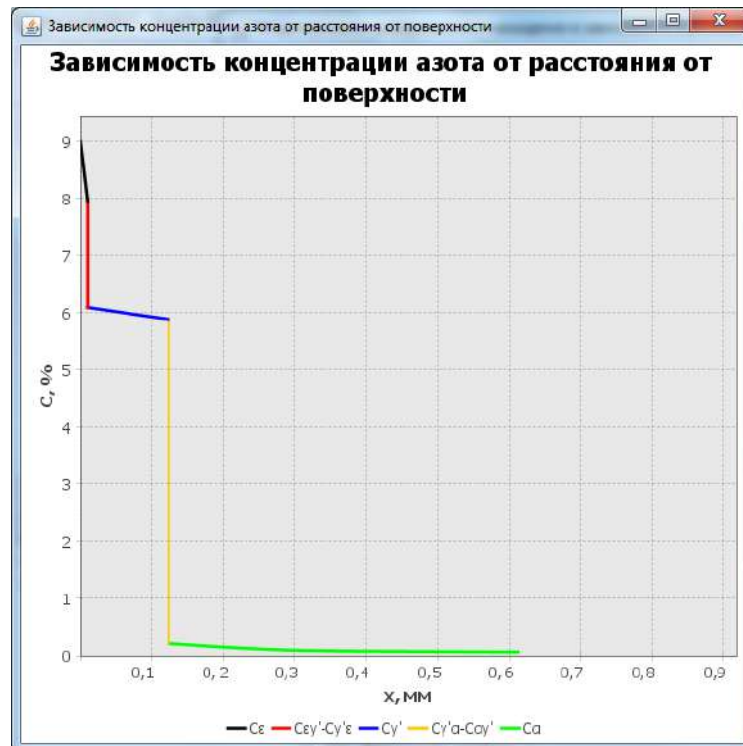


Рисунок 3.30 – Зависимость концентрации азота от расстояния от поверхности

Исходный код программы приведен в Приложении Д данной диссертационной работы.

### Выводы по главе 3

1. В результате проведения зондовых измерений параметров плазмы ТР установлено, что в полости технологического экрана наблюдается неравномерное распределение концентрации заряженных частиц рабочего газа с максимальным значением в месте перекрытия зон отрицательного свечения ТР. Также установлено, что максимальное значение концентрации ионов в полости технологического экрана составило  $n_i=3,5 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ , что в 1,75 больше концентрации ионов в ТР при ИА без ПК. Плазма ТР с повышенной концентрацией заряженных частиц образуется в результате осцилляции электронов и увеличения актов ионизации.
2. Разработана компьютерная модель с применением метода конечных элементов, позволяющая проводить расчеты параметров плазмы ТР, тепловых и диффузионных процессов при ЛИА стальных деталей

сложных конфигураций и позволяющая прогнозировать результаты упрочняющей обработки без дополнительных экспериментов.

3. Разработана математическая модель с применением экспериментально-статистического метода, позволяющая описать влияние технологических параметров процесса ИА на температуру подложки с точностью 92%, без учета физической сущности процессов, протекающих в исследуемом объекте. Разработанная модель позволит проводить экспресс назначение технологических режимов при ИА на основе накопленных статистических данных.
4. Разработано программное обеспечение на языке программирования *Java* для расчета параметров процесса диффузионного насыщения при ИА, учитывающее размер зерна обрабатываемого материала и позволяющее прогнозировать толщину и фазовый состав диффузионного слоя.

## **4. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ 13X11N2B2MФ-Ш И 12X18N10Т С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕМ СТРУКТУРЫ ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ**

### **4.1 Разработка новых технических подходов к локальному низкотемпературному ионному азотированию конструкционных материалов с предварительным деформационным измельчением структуры**

Известно, что основной вклад в эффективность процесса ИА вносит температура обработки. Таким образом, увеличение температуры обработки приводит к сокращению длительности процесса диффузионного насыщения при прочих равных условиях. Однако, длительное воздействие высоких температур приводит к короблению тонкостенных, сложнопрофильных, длинномерных и ажурных деталей. Уменьшение температурного воздействия приводит к существенному росту длительности процесса, а в некоторых случаях диффузионное насыщение поверхности материала может вовсе прекратиться вследствие образования на поверхности сплошной пленки нитридов, препятствующих эффективной диффузии азота вглубь материала.

Кроме того, большинство деталей работают в условиях контактных нагрузок, в результате которых интенсивному износу подвергаются наиболее нагруженные локальные области детали. Это предопределяет проведение обработки таким образом, чтобы увеличить износостойкость именно на данных участках. Поэтому в настоящее время отечественными и зарубежными исследователями активно ведется поиск способа повышения эффективности процесса низкотемпературного ЛИА конструкционных материалов.

Кроме температуры обработки на процесс диффузионного насыщения существенное влияние оказывает структура материала детали, например, размер зерен (кристаллитов, фрагментов) и плотность дефектов на границах,

которые оказывают стимулирующее воздействие на продвижение атомов азота вглубь материала при ИА. Как показывают недавние исследования одним из эффективных путей снижения температуры ИА сталей является деформационное измельчение структуры материала различными методами интенсивной пластической деформации, вследствие ускорения процесса диффузии по границам зерен. Однако измельчение структуры материала детали во всем ее объеме является трудоемким процессом. В этом случае рационально измельчать структуру в поверхностном слое.

Поэтому в рамках данной диссертационной работы разработаны способы (патент №2664106, №2662518) (Приложение В) низкотемпературного ЛИА конструкционных сталей позволяющие получать на локальных, подверженных интенсивному износу участках деталей слой с измельченной структурой методом поверхностной пластической деформации и проводить последующую низкотемпературную обработку.

При поверхностной пластической деформационной обработке создание поверхностного слоя с измененной структурой осуществляется в результате воздействия внешних сил (инструмента) на поверхность детали, при этом происходит пластическая деформация и дробление зерен. Во время обработки активизируется множество систем скольжения и создается большое количество различно ориентированных дислокаций. Под действием напряжений дислокации движутся и встречаются с перпендикулярно направленными дислокациями, где происходит их закрепление. Так, в поверхностном слое формируются равноосные структуры в виде блоков (зерен), которые в зависимости от режимов обработки и применяемого способа поверхностной пластической деформации могут иметь средний размер  $D=100$  нм...2 мкм. В результате поверхностной пластической деформационной обработки во время низкотемпературного ИА преимущественно происходит зернограницная диффузия, интенсифицируется процесс диффузионного насыщения.



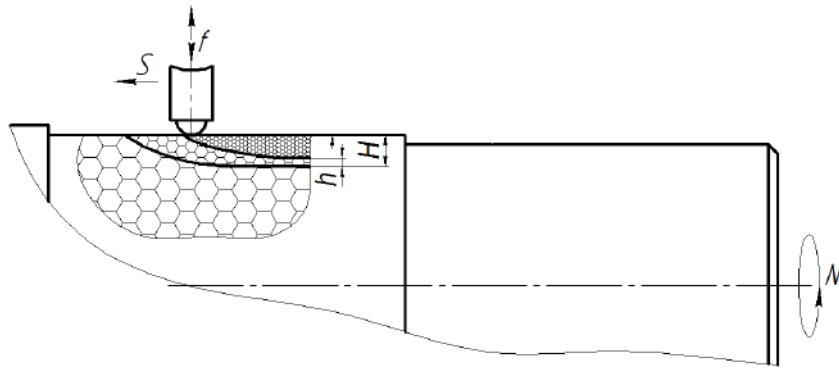


Рисунок 4.1 – Схема создания на поверхности материала измельченной структуры методом ультразвуковой обработки:  $S$  – подача инструмента, м/мин;  $N$  – обороты изделия, об/мин;  $f$  – частота ультразвуковых колебаний инструмента, Гц (патент РФ №2664106)

Толщина измененного слоя  $H$  в зависимости от режимов обработки и используемого метода поверхностной пластической деформации может достигать 0,05...2 мм. При этом измененный поверхностный слой имеет плавную переходную зону между измененной и исходной структурами. Этим обеспечивается градиентное изменение свойств от поверхности к сердцевине. После поверхностной пластической деформации осуществляется низкотемпературное ЛИА (рисунок 4.2).

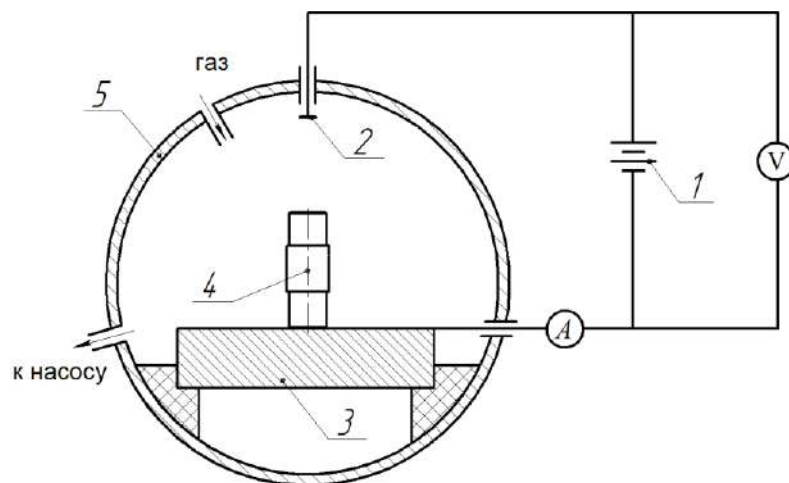


Рисунок 4.2 – Схема низкотемпературного ЛИА: 1 – источник питания, 2 – электрод-анод, 3 – подложка-катод, 4 – обрабатываемая деталь, 5 – вакуумная камера [184]

Сущность предлагаемой технологии низкотемпературного ЛИА с предварительным изменением структуры материала заключается в том, что за один вакуумный цикл вследствие разности скоростей диффузионного насыщения на различных участках детали можно получать диффузионные слои, различные как по толщине, так и по структурно-фазовому составу. При этом подверженная деформационному измельчению структура материала позволяет проводить процесс ИА при низких температурах.

#### **4.2 Исследование структуры конструкционных сталей марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T после интенсивной пластической деформации и последующего локального ионного азотирования**

Исследования по влиянию низкотемпературного ЛИА проводили на модельных образцах из конструкционных сталей мартенситного 13X11H2B2MФ-Ш и аустенитного 12X18H10T классов с предварительно измельченной структурой методом ИПДК.

На рисунках 4.3, 4.4 представлены оптический снимок и снимки, выполненные методом растровой электронной микроскопии микроструктуры стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после закалки с 1050 °С (выдержка 1 ч, охлаждение в масле) и высокого отпуска при 800 °С [25, 184].

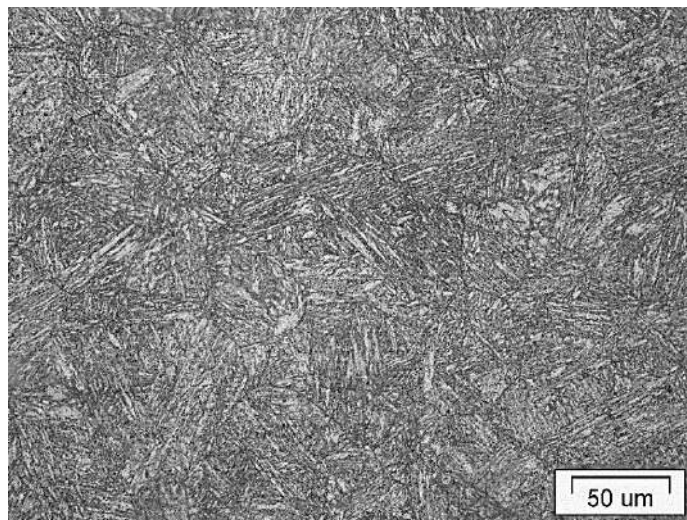


Рисунок 4.3 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ТО [184]

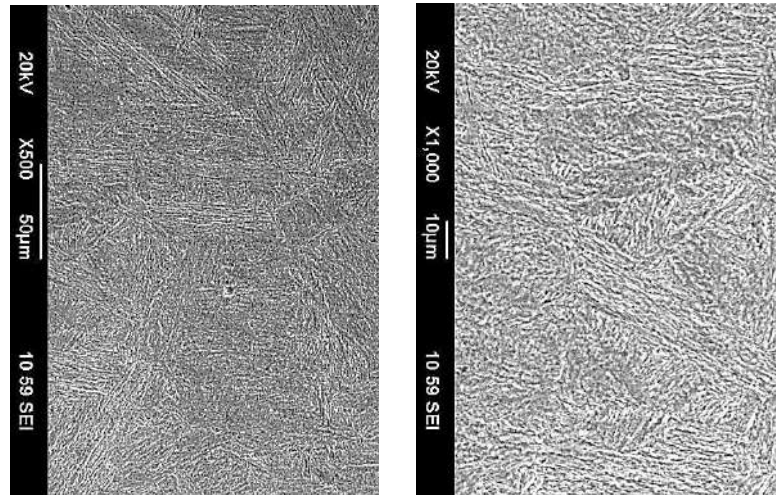


Рисунок 4.4 – Растровые изображения структуры стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ТО [184]

Анализ микроструктуры образцов из стали марки 13X11H2B2MФ-Ш показал однородную структуру игольчатого (пластинчатого) мартенсита с различной ориентировкой зерен. Микротвердость стали после ТО составила  $360 \pm 10 \text{ HV}_{0,1}$  [184].

Более детальное исследование исходного материала после закалки и отпуска показало, что структура состоит из зерен  $\alpha\text{-Fe}$  с ОЦК решеткой с размерами 900...1200 нм и карбидов  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и  $\text{W}_2\text{C}$ , расположенных по границам зерен  $\alpha\text{-Fe}$  с размерами 100...120 нм.

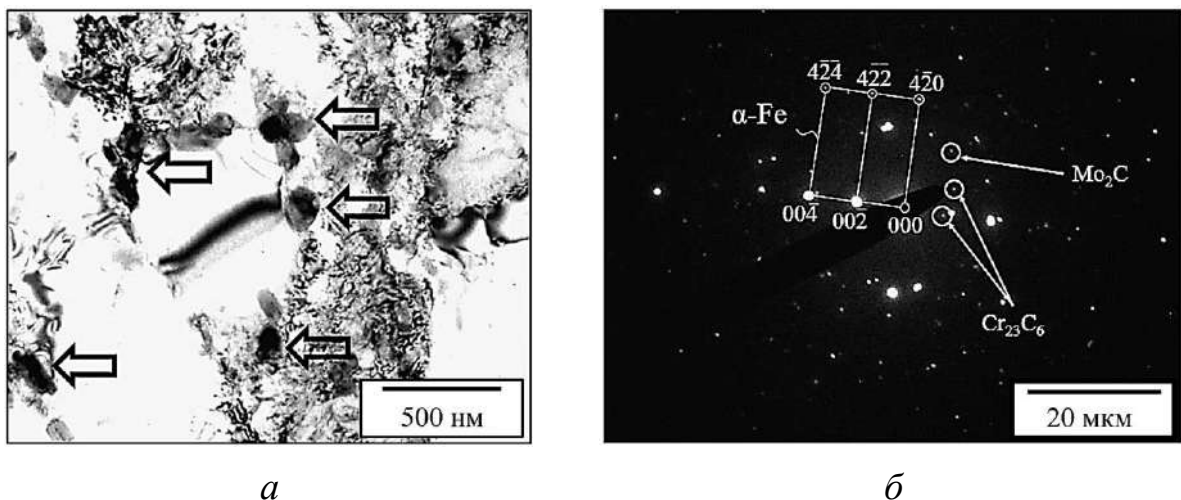


Рисунок 4.5 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после закалки с  $1050^\circ\text{C}$  и отпуска при  $800^\circ\text{C}$ : а – светлопольное изображение; б - электронограмма

Исследование микроструктуры стали марки 13X11H2B2MФ-Ш также показало равномерность распределения вторичных фаз в структуре (рисунок 4.6).

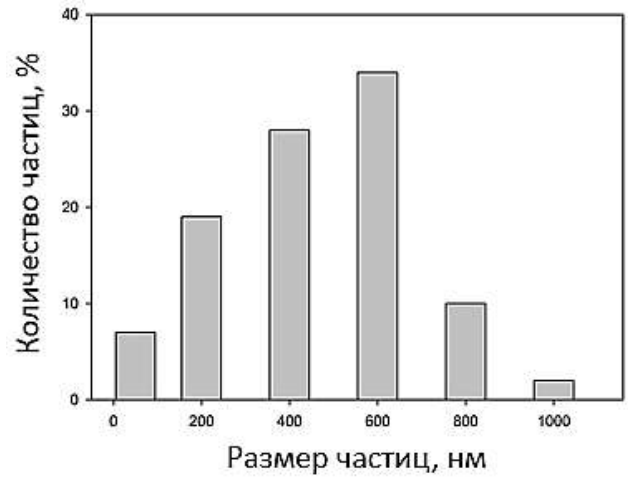
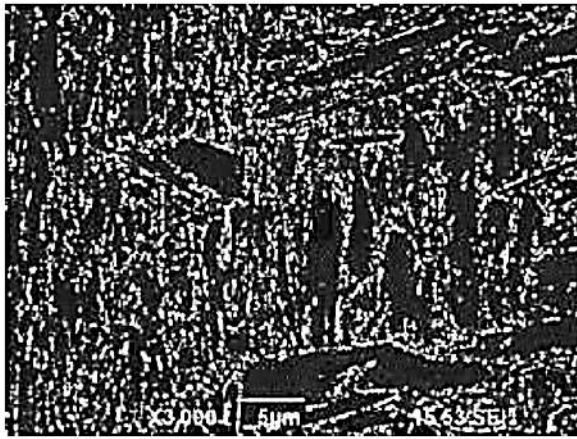
*a**б*

Рисунок 4.6 – Микроструктура (а) и гистограмма распределения размеров частиц (б) стали марки 13X11H2B2MФ-III после закалки и отпуска [89]

Результаты анализа показали, что частицы выделились на границах бывших зерен аустенита и вдоль границ мартенситных пластин. Около 25% частиц расположено внутри мартенситных зерен. Средний размер частиц составил ~250 нм, объемная доля частиц – 19%. Пластинчатая структура мартенсита сохранилась. Средний размер ширины пластин составил ~556 нм (рисунок 4.7) [89].

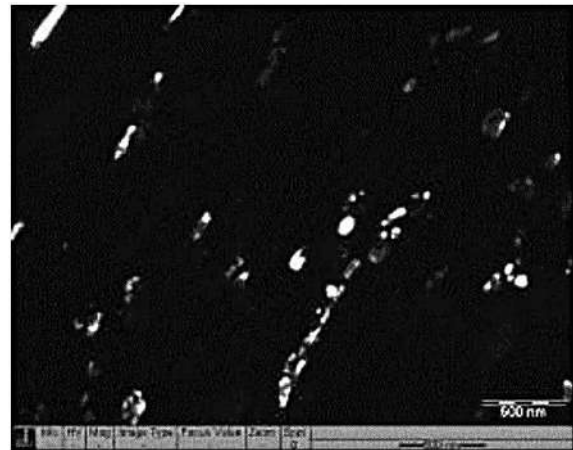
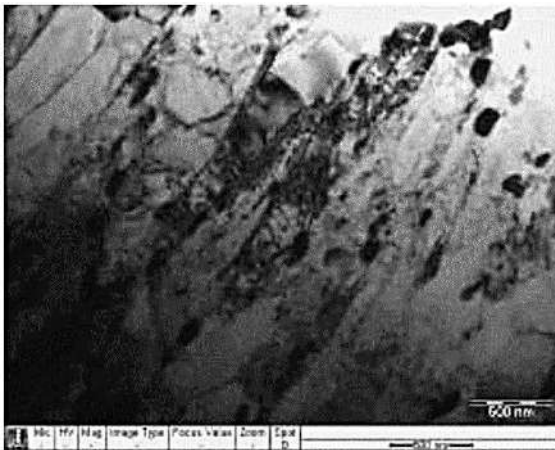
*a**б*

Рисунок 4.7 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-III после ТО:

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение

в рефлексе карбидов [89]

Микроструктура стали марки 12X18H10T после закалки с 1050°С при выдержке в течение 1 ч с охлаждением в воду приведена на рисунке 4.8.

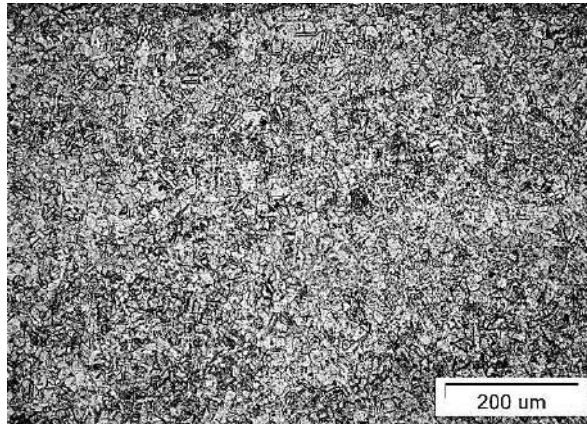


Рисунок 4.8 – Микроструктура стали марки 12X18H10T после ТО [184]

Микроструктура стали марки 12X18H10T после ТО имеет однородную структуру  $\gamma$ -фазы с двойниками, вследствие наличия значительного количества легирующего элемента  $Ni$ , из-за присутствия которого в стали  $\gamma$ -фаза сохраняется при комнатной температуре. Также по границам зерен присутствуют карбиды  $TiC$ . Средний размер зерна аустенита составил  $\sim 4,5$  мкм (рисунок 4.9). Микротвердость стали после ТО составила  $190 \pm 10$  HV<sub>0,1</sub> [91].

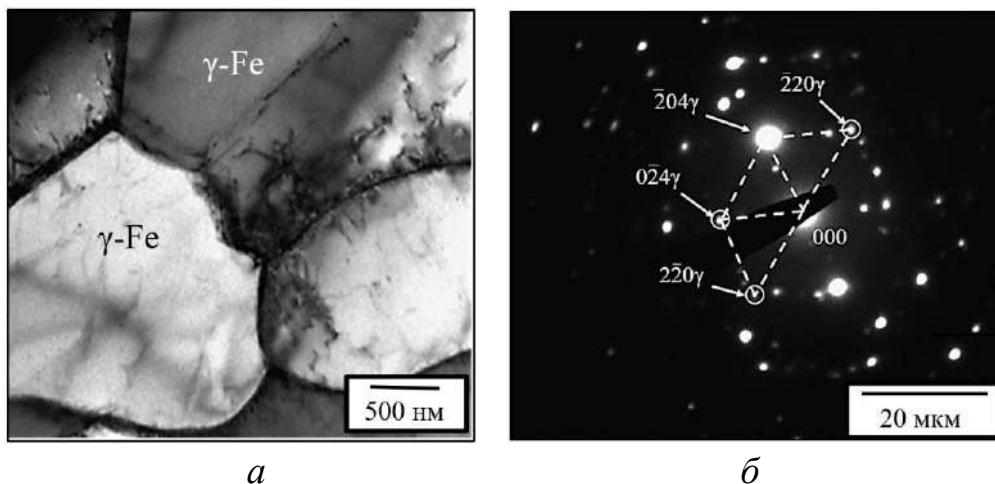


Рисунок 4.9 – Микроструктура стали марки 12X18H10T после ТО:

а – светлпольное изображение; б – электронограмма [91]

Деформационное измельчение структуры исследуемых конструкционных материалов проводили методом ИПДК при температуре 300 °С под давлением  $P=6$  ГПа с количеством оборотов  $n=10$ . Образцы перед процессом ИПДК имели форму дисков диаметром 20 мм и толщиной 0,5 мм. На рисунке 4.10 приведена структура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИПДК [91].

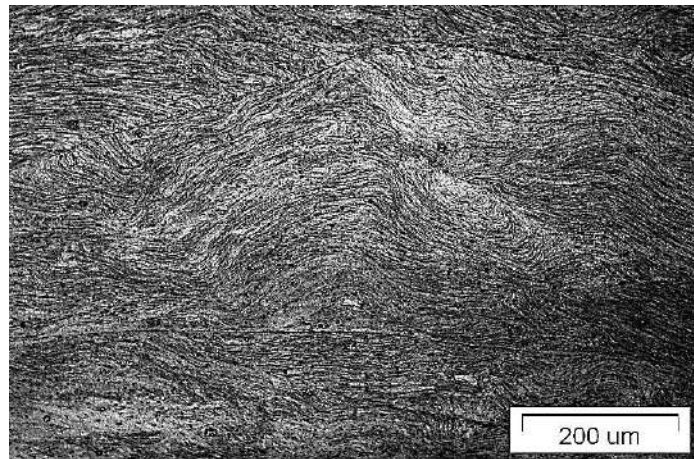


Рисунок 4.10 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИПДК [184]

Анализ снимка (рисунок 4.10) микроструктуры стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после деформационного измельчения методом ИПДК показал присутствие характерных хаотично ориентированных линий деформации и следов пластического течения материала [25, 184].

После ИПДК при повышенной температуре  $T=300^{\circ}\text{C}$  средний размер зерен в стали марки 13X11H2B2MФ-Ш составил  $\sim 200$  нм, соответствующий УМЗ структуре (рисунок 4.11). После ИПДК при повышенной температуре рефлексы на электронограмме расположены по окружности и имеют азимутальное размытие. Это говорит о высоких внутренних напряжениях и присутствии малоугловых разориентировок [91].

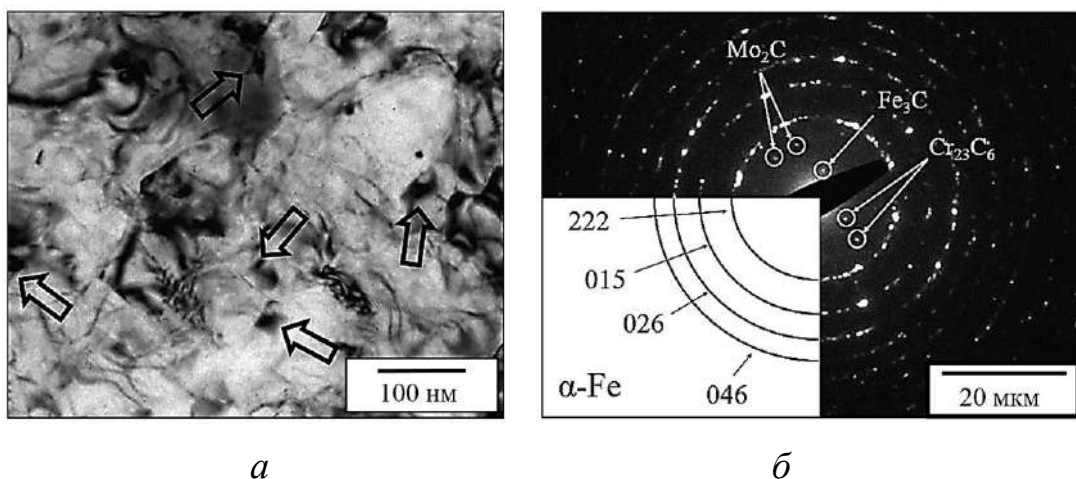


Рисунок 4.11 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИПДК:

а – светлопольное изображение; б – электронограмма [99]



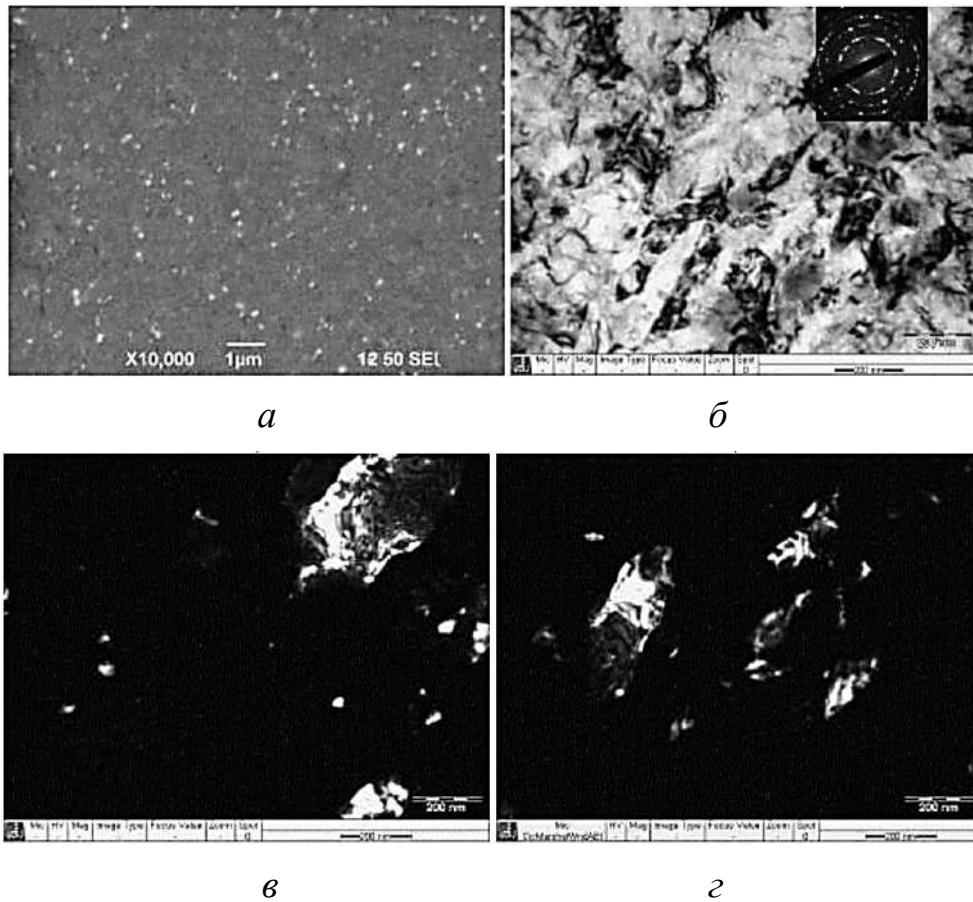


Рисунок 4.12 – Микроструктура стали марки 13X11N2B2MФ-Ш после постдеформационного отпуска: а – изображение во вторичных электронах (РЭМ); б – светлопольное изображение; в – темнопольное изображение в рефлексе цементита; г – темнопольное изображение в рефлексе матрицы [91]

При исследовании микроструктуры при меньших увеличениях в РЭМ (рисунок 4.12, а) видно существенное уменьшение объемной доли частиц вторичных фаз в образцах после ИПДК, по сравнению с закаленным и отпущенным состоянием. Объемная доля частиц составила 3,6%, средний размер частиц – 160 нм [91].

На рисунке 4.13 приведена структура стали марки 12X18N10Т после деформационного измельчения методом ИПДК [91].

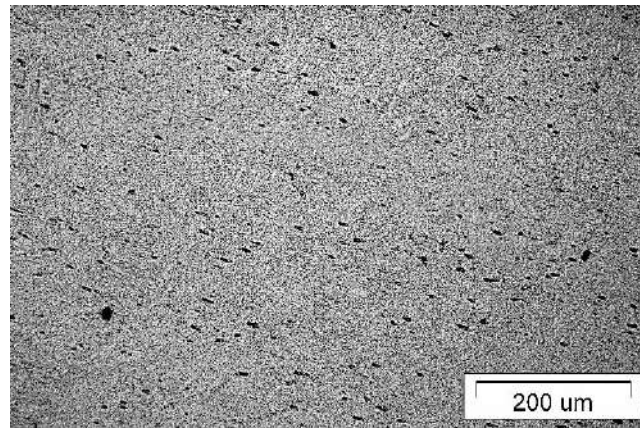


Рисунок 4.13 – Микроструктура стали марки 12X18H10T после ИПДК [184]

После ИПДК в структуре стали марки 12X18H10T (рисунок 4.13) наблюдается измельченная структура с отсутствием следов и полос деформации, что указывает на равномерность деформации материала [25, 184].

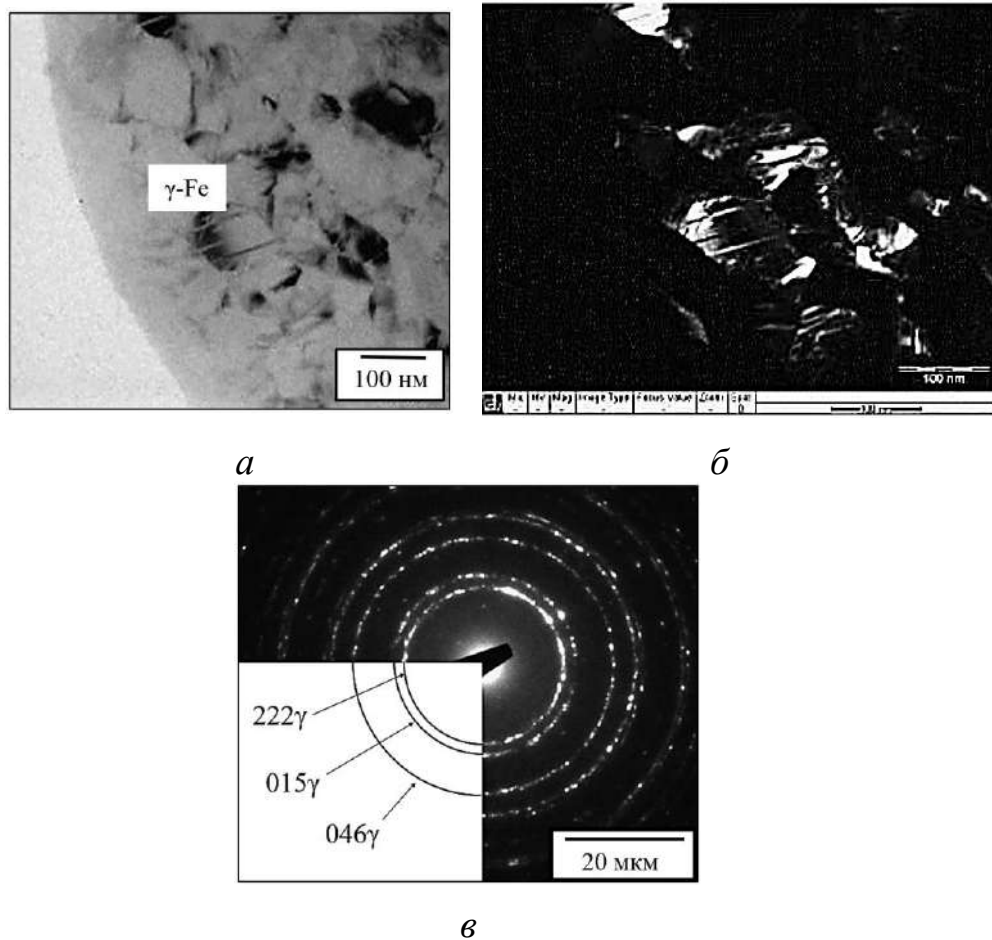


Рисунок 4.14 – Микроструктура стали марки 12X18H10T после ИПДК:

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение;

в – электронограмма [99]



После ИПДК при температуре 300°C в структуре интенсивно идут процессы деформационного двойникования (рисунок 4.14). Средний размер структурных составляющих ~200 нм [91].

С целью реализации технологии ЛИА исследуемые стали с предварительно измельченной структурой методом ИПДК подвергались ИА при температурах 450, 500, 550 °С, продолжительности обработки 6 часов в многокомпонентной газовой среде  $Ar$  55%,  $N_2$  30%,  $H_2$  15%, при давлении в вакуумной камере  $150 \pm 10$  Па. Вследствие высокого содержания  $Cr$  в исследуемых сталях необходимо тщательно подготавливать поверхности образцов перед процессом ИА, а также проводить ионную очистку. В течение всего процесса ИА разность потенциалов в разряде составила ~450 В, а ток разряда ~1,2 А [25].

В связи с технологической особенностью метода ИПДК в процессе которого от центра образца к периферии исследуемый материал подвергается неравномерному деформированию материала, все исследования на образцах проводились по центру и на периферии (3/4 радиуса) модельного образца. Известно, что максимальным сдвиговым деформациям модельный образец подвергается на периферии, где достигается максимальная степень изменения структуры материала [25].

Микроструктуры азотированных образцов из стали 13X11H2B2MФ-III с исходной после ТО структурой и мелкозернистой после ИПДК структурами представлены на рисунке 4.15.

Анализ микроструктуры образцов после ИА при  $T=450^\circ C$  показал, что у образца с исходной структурой после ТО образуется зона внутреннего азотирования протяженностью 25...30 мкм (рисунок 4.15, а). На периферии модельного образца (рисунок 4.15, в), подвергнутого ИПДК, протяженность зоны внутреннего азотирования составила 70...75 мкм, что в 2-2,5 раза превышает толщину азотирования в центре образца (рисунок 4.15, б). Такая разница в толщине азотированного слоя на периферии образца связана с высокой дисперсностью структуры в этой зоне после ИПДК. Следует отметить, что структура азотированного слоя образцов подвергнутых ИПДК

после химического травления отображается в виде темной полосы с сильно размытыми границами из-за высокой скорости диффузии и низкой концентрации азота в диффузионной зоне. Поэтому все образцы после ИПДК для подтверждения толщины азотированного слоя должны подвергаться измерению микротвёрдости по глубине [25, 89, 182].

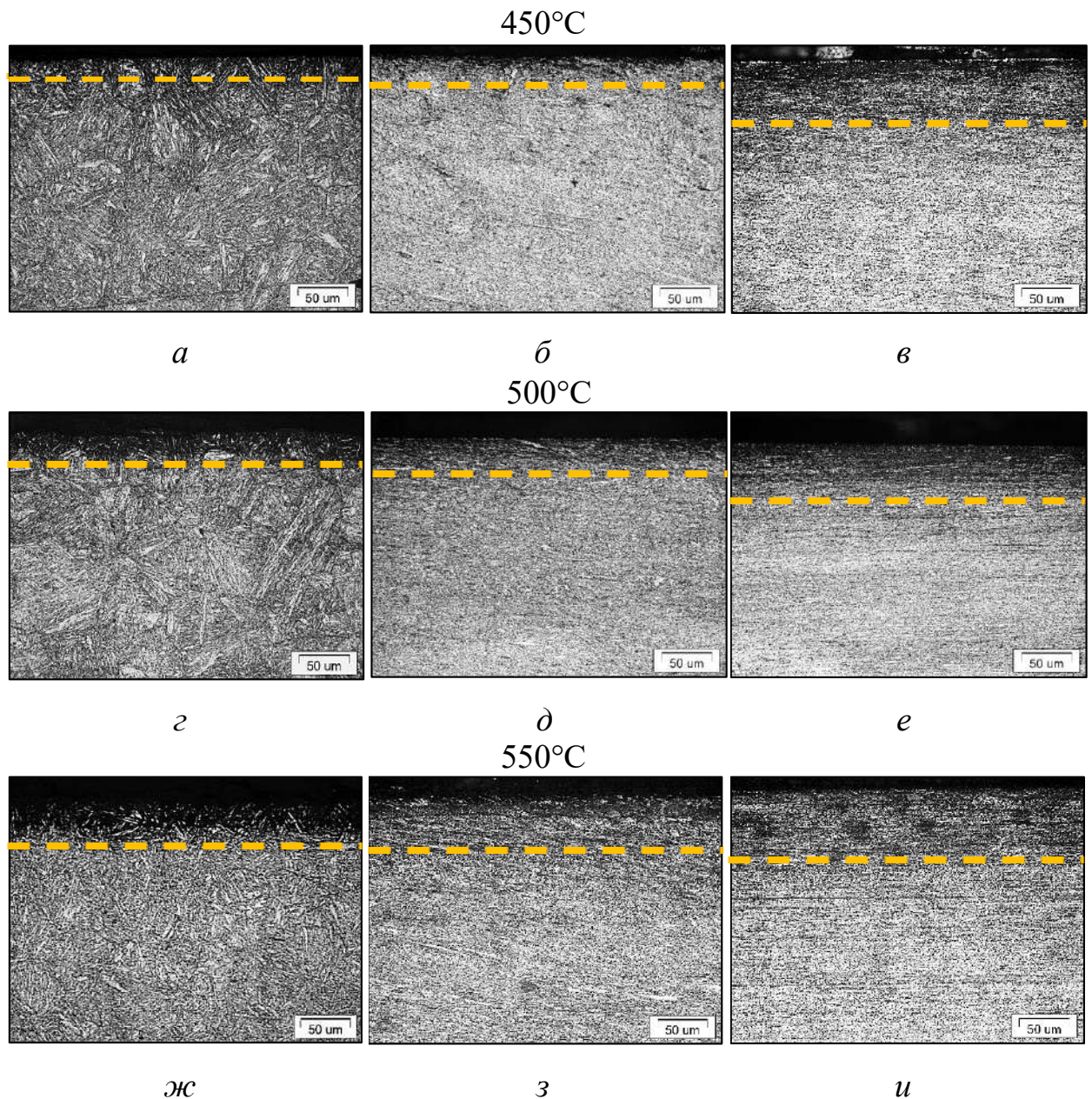


Рисунок 4.15 – Микроструктуры поверхностного слоя образцов из стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИА при различных температурах: а, г, ж – образцы без деформационного измельчения; б, д, з – образцы после ИПДК (центр); в, е, и – образцы после ИПДК (периферия) [25]

Анализ микроструктуры образцов после ИА при  $T=500^{\circ}\text{C}$  показал, что у образца с исходной структурой, не подверженного деформационному измельчению, образуется зона внутреннего азотирования протяженностью 30...35 мкм (рисунок 4.15, г). В центре образца (рисунок 4.15, д), подвергнутого ИПДК, протяженность зоны внутреннего азотирования составила 35...40 мкм, а на периферии – 65...70 мкм (рисунок 4.15, е). Небольшое уменьшение толщины азотированного слоя на периферии связано с процессами рекристаллизации при температуре обработки  $500^{\circ}\text{C}$  [25, 89].

Анализ микроструктуры образцов после ИА при  $T=550^{\circ}\text{C}$  показал, что у образца с исходной структурой, не подверженного деформационному измельчению, образуется зона внутреннего азотирования протяженностью 45...50 мкм (рисунок 4.15, ж). Для образцов с исходной структурой установлено, что с увеличением температуры ИА с  $450$  до  $550^{\circ}\text{C}$  толщина диффузионной зоны увеличивается, поскольку температура при ИА играет одну из главных ролей в активации диффузии азота в сталях. Такая же зависимость наблюдается в центре модельных образцов, подвергнутых ИПДК, из-за низких степеней деформации. Так, в центре образца (рисунок 4.15, з), подвергнутого ИПДК, протяженность зоны внутреннего азотирования составила 45...50 мкм, а на периферии – 55...60 мкм (рисунок 4.15, и). Также установлено, что на периферии модельных образцов, подвергнутых ИПДК, с увеличением температуры ИА с  $450$  до  $550^{\circ}\text{C}$  толщина диффузионного слоя несколько уменьшается. При увеличении температуры процесса ИА скорость диффузионного насыщения увеличивается, однако вместе с этим более активно происходят рекристаллизационные процессы, замедляющие процесс диффузии азота в металл. Таким образом, установлено, что при увеличении температуры ИА модельных образцов (на периферии) превалирует процесс роста структурных составляющих, замедляющих скорость диффузионного роста [25, 89].

Высокая степень наклепа, большая плотность дефектов, высокоугловые границы зерен, которые возникают на периферии образца в результате ИПДК, влияют на интенсификацию протекания диффузионных процессов в материале при ИА.

На образцах из стали марки 12X18H10T после ИПДК установлен такой же характер формирования диффузионных слоев при различных температурах, отличающихся от стали марки 13X11H2B2MФ-III меньшими толщинами азотированного слоя, вследствие большего содержания *Cr* в материале, который, образуя химические соединения с азотом, замедляет процесс его проникновения вглубь материала [25, 89].

#### 4.3 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на микротвердость конструкционных сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III после интенсивной пластической деформации кручением

Поскольку в диссертационной работе предлагается комплексное упрочнение сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III путем деформационного измельчения методом ИПДК и последующим ИА, были проведены исследования термической стабильности (рисунок 4.16) исследуемых материалов при возможных для проведения ХТО температурных диапазонах 400-650 °C. Длительность проведения постдеформационного отжига составил 1 час.

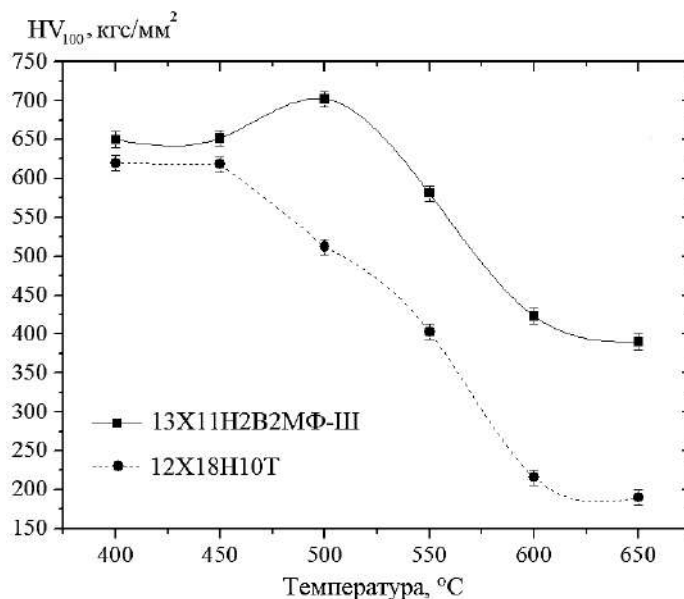


Рисунок 4.16 – Зависимость изменения микротвердости сталей после ИПДК от температуры отжига [99]



Для стали марки 13X11H2B2MФ-Ш установлено, что увеличение температуры отжига с 450 до 500 °С приводит к увеличению микротвердости вследствие выделения дисперсных частиц карбидов (рисунок 4.17). Дальнейшее увеличение температуры выдержки до 650 °С приводит к укрупнению структурных составляющих и дисперсных частиц. Уменьшение микротвердости у стали марки 12X18H10T с увеличением температуры отжига связаны также превращением  $\alpha' \rightarrow \gamma$  деформационного мартенсита в аустенит.

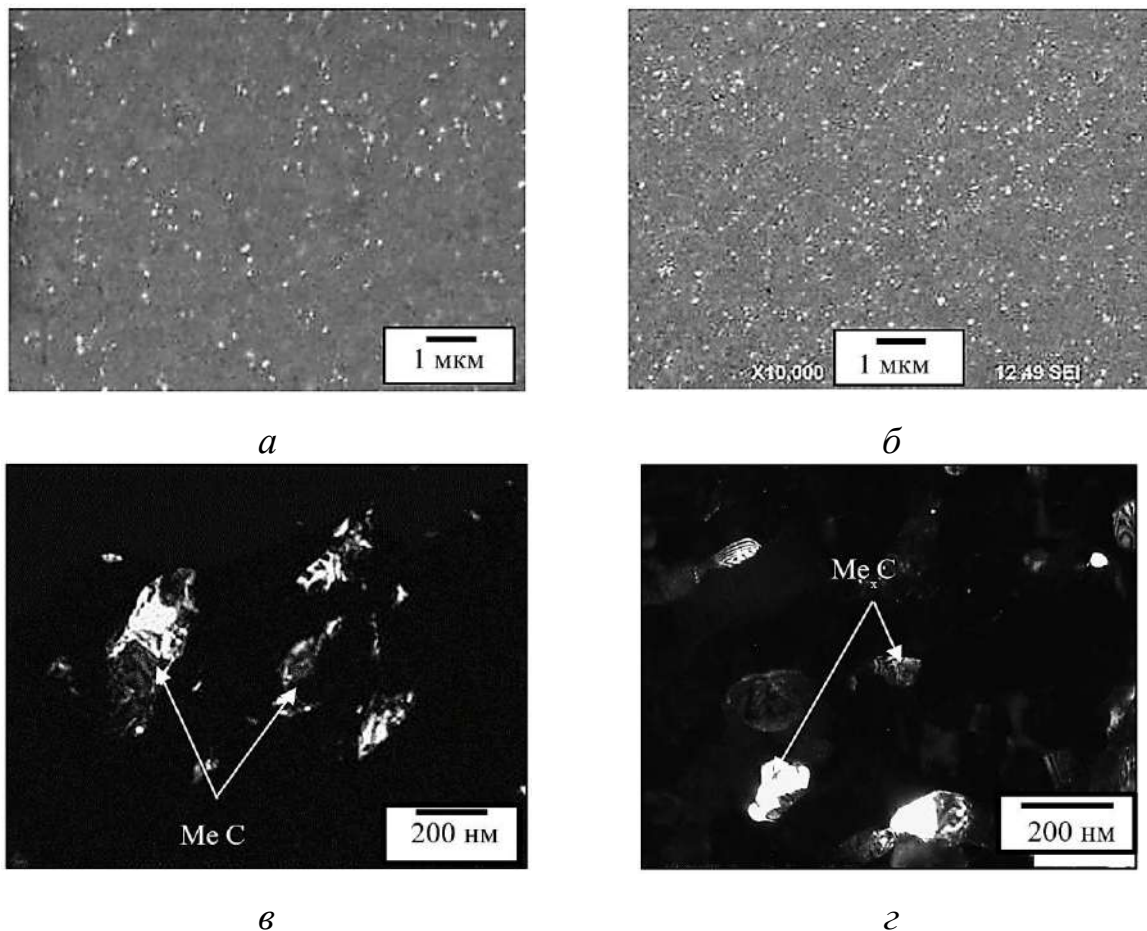
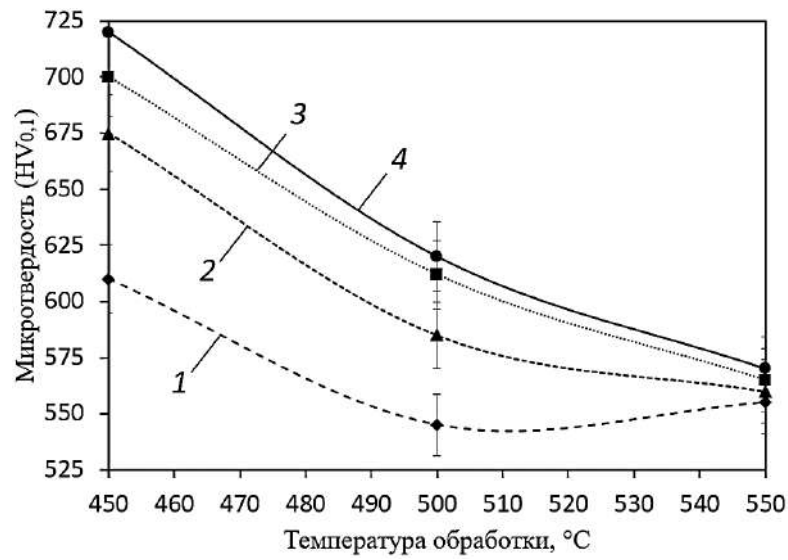


Рисунок 4.17 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после постдеформационного отжига при температурах 450°С (а, в) и 500°С (б, г) [99]

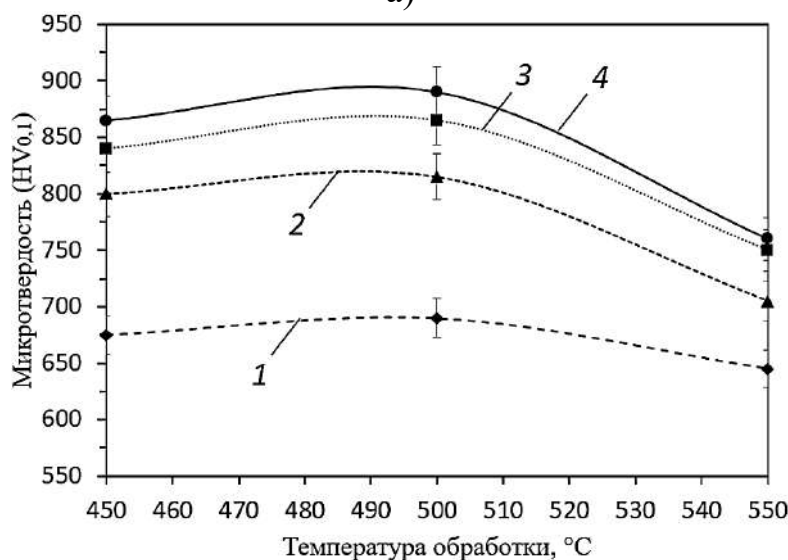
Установлено, что для обеих исследуемых сталей после деформационного измельчения структуры приемлемой температурой ИА является 450°С при которой сохраняются исходные свойства материала.

Из-за особенностей метода ИПДК в ходе которого неравномерно протекают по диаметру образца сдвиговые деформации, степень упрочнения материала также будет различаться. Образцы подвергаются максимальной

деформации на периферии. При ИА при различных температурах из-за технологической наследственности неравномерность механических свойств по радиусу образца будет сохраняться. На рисунке 4.18 представлены результаты измерения поверхностной микротвердости от температуры процесса ИА по радиусу образцов из исследуемых сталей после деформационного измельчения методом ИПДК.



а)



б)

Рисунок 4.18 – Распределение поверхностной микротвердости от температуры ИА по радиусу образцов из сталей марок 12X18H10T (а) и 13X11H2B2MФ-Ш (б) после деформационного измельчения структуры методом ИПДК: 1 – 0 мм; 2 – 2,5 мм;

3 – 5 мм; 4 – 7,5 мм [8]

Установлено, что вследствие технологических особенностей метода ИПДК при ИА сохраняется наследственная неоднородность распределения поверхностной микротвердости по радиусу образцов. Максимальная неоднородность поверхностной микротвердости по радиусу образца из стали марки 12Х18Н10Т достигается при температуре ИА 450 °С (рисунок 4.18, а). При этом максимальное соотношение микротвердости на периферии (3/4 радиуса) и в центре образца достигает ~ 1,2 раза. С увеличением температуры процесса ИА с 450 °С до 550 °С характер распределения поверхностной микротвердости по радиусу образца выравнивается, при этом падение значения микротвердости на периферии с увеличением температуры составило 26%, что связано с процессами рекристаллизации основы материала прошедшего деформационное измельчение методом ИПДК [8].

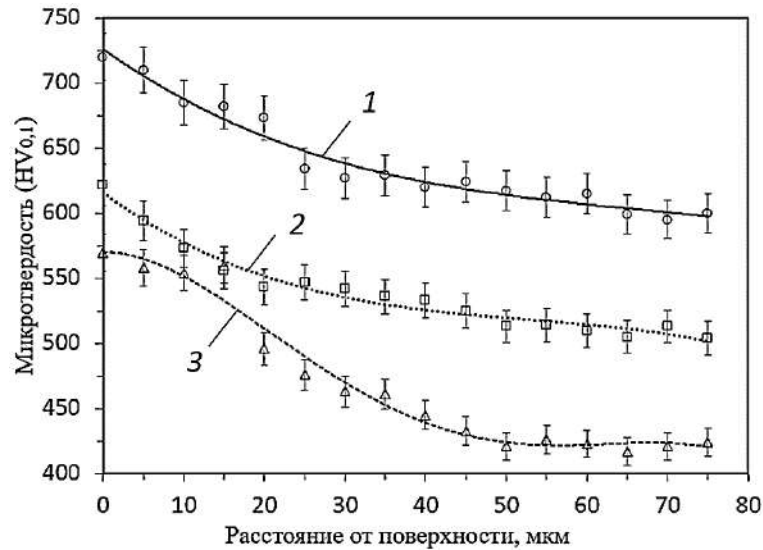
Для стали марки 13Х11Н2В2МФ-Ш максимальная неоднородность поверхностной микротвердости по радиусу образца достигается при температуре ИА 500 °С (рисунок 4.18, б), при этом максимальное соотношение микротвердости на периферии и в центре образца достигает ~ 1,3 раза. Установлено, что при нагреве образцов с 450 °С до 500 °С наблюдается прирост микротвердости, что объясняется выделением дисперсных частиц карбидов при нагреве. При дальнейшем увеличении температуры до 550 °С наблюдается снижение микротвердости вследствие укрупнения дисперсных частиц и началом роста зерен [8].

Таким образом, можно сделать вывод о том, что прирост поверхностной микротвердости после ИА складывается из двух составляющих: прироста микротвердости материала в результате ИПДК и ее сохранения при длительном температурном воздействии при ИА, а также прироста микротвердости в результате ИА за счет образования высокоазотистых фаз железа и легирующих элементов.

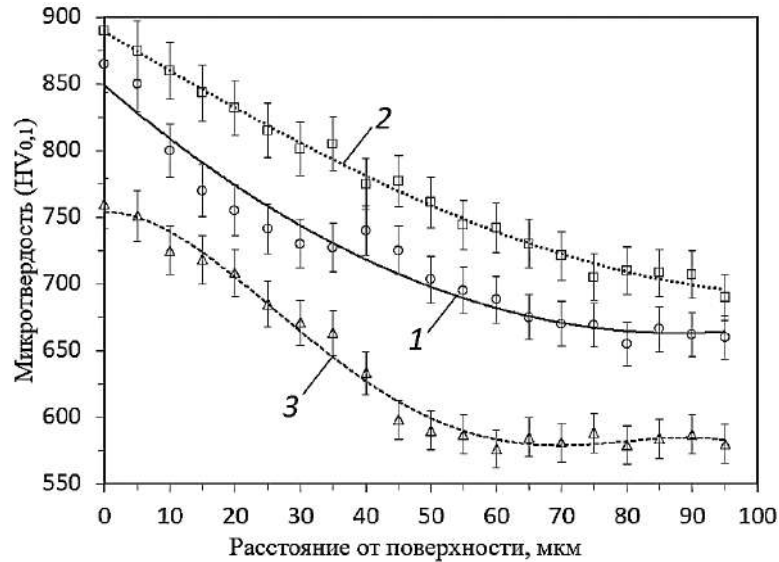
Поэтому с точки зрения максимального упрочнения поверхности исследуемых материалов с измельченной структурой, полученной методом

ИПДК, а также сохранения структуры и свойств сердцевины материала наиболее приемлемой температурой процесса ИА является 450 °С [8, 90].

На рисунке 4.19 приведены результаты замеров микротвердости по глубине азотированного слоя после ИА исследуемых сталей.



а)



б)

Рисунок 4.19 – Распределения микротвердости по глубине упрочненного слоя образцов из сталей марок 12Х18Н10Т (а) и 13Х11Н2В2МФ-Ш (б) после деформационного измельчения структуры методом ИПДК с последующим ИА в течение 6 ч: 1 – 450 °С; 2 – 500 °С; 3 – 550 °С [90]



Анализ полученных графиков показал, что для стали марки 12X18H10T с увеличением температуры ИА с 450 °С до 550 °С происходит падение микротвердости сердцевины материала на ~40 % (рисунок 4.19, а). Максимальное значение микротвердости основы сохраняется при 450 °С. Для стали марки 13X11H2B2MФ-Ш максимальное значение твердости достигается при 500 °С (рисунок 4.19, б), а дальнейшее увеличение температуры до 550 °С приводит к снижению микротвердости сердцевины на ~20 % [90].

Для обеих сталей при температурах обработки 550 °С (рисунок 4.19, кривая 3) характер распределения микротвердости по глубине упрочненного слоя приобретает вид, характерный для сталей, не подверженных деформационному измельчению с исходной крупнозернистой структурой. Это связано с тем, что с увеличением температуры обработки и, следовательно, размера структурных составляющих материала процессы зернограничной диффузии протекают медленнее, и в приповерхностном слое появляются скопления азотистых фаз, которые на графике определяются в виде «полки» от поверхности. Следует отметить, что при продолжительности ИА в течение 6 ч толщина упрочненного слоя у стали марки 13X11H2B2MФ-Ш в ~1,5 раза больше, чем у стали марки 12X18H10T, что связано, в первую очередь, меньшим содержанием *Cr* в составе стали, который путем образования нитридов замедляет диффузионные процессы [90].

#### **4.4 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на фазовый состав поверхности конструкционных сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш после интенсивной пластической деформации кручением**

Известно, что образуемые при ИА азотистые фазы влияют на механические и эксплуатационные свойства поверхностного слоя материала. образуемые при ИА фазы зависят от структуры и химического состава стали, а также изменяемых параметров процесса ИА. Как правило, снижение

содержания  $C$  в сталях положительно влияет на диффузионные процессы, а легирующие элементы, в частности  $Cr$ , действуют противоположным образом. В зависимости от условий эксплуатации изделий и требований, предъявляемых к поверхностному слою при ИА можно в широком диапазоне регулировать фазовый состав по глубине упрочненного слоя, изменяя состав рабочего газа, температуру подложки, межэлектродную разность потенциалов, а также давление в рабочей камере. Поэтому с целью оценки состава образуемых азотистых фаз при низкотемпературном ЛИА с предварительно измененной структурой исследуемых сталей методом ИПДК был проведен качественный рентгеноструктурный анализ поверхности образцов.

Рентгенограммы с поверхности образцов из исследуемых сталей после деформационного измельчения структуры методом ИПДК, а также после ИА при различных температурах, представлены на рисунке 4.20.

После ТО сталь марки 12X18H10T находится в устойчивом однофазном  $\gamma$ - $Fe$  состоянии, что связано с присутствием в составе стали легирующего элемента  $Ni \sim 10\%$ . После деформационного измельчения структуры стали марки 12X18H10T методом ИПДК наряду с  $\gamma$ - $Fe$  фазой в стали появляется мартенсит деформации  $\alpha'$ - $Fe$ . Сталь 13X11H2B2MФ-Ш после ИПДК находится в однофазном  $\alpha$ - $Fe$  состоянии. В исследуемых сталях на границах зерен образуются в основном специальные карбиды типа  $M_{23}C_6$ , например, частицы карбидов хрома  $Cr_{23}C_6$ . Также могут образовываться и другие карбиды, например, карбиды вольфрама  $W_2C$  и др. [8].

Исследование фазового состава стали марки 12X18H10T с измельченной структурой, полученной методом ИПДК показало, что вне зависимости от температуры ИА на поверхности материала присутствует  $\gamma'$ -фаза. После ИА при  $450^\circ C$  (рисунок 4.20, а) на поверхности аустенитной стали также обнаружены рефлексы  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}N$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$  и деформационного мартенсита  $\alpha'$ - $Fe$ . На поверхности мартенситной стали (рисунок 4.20, б) обнаружены рефлексы тех же азотистых фаз [8].

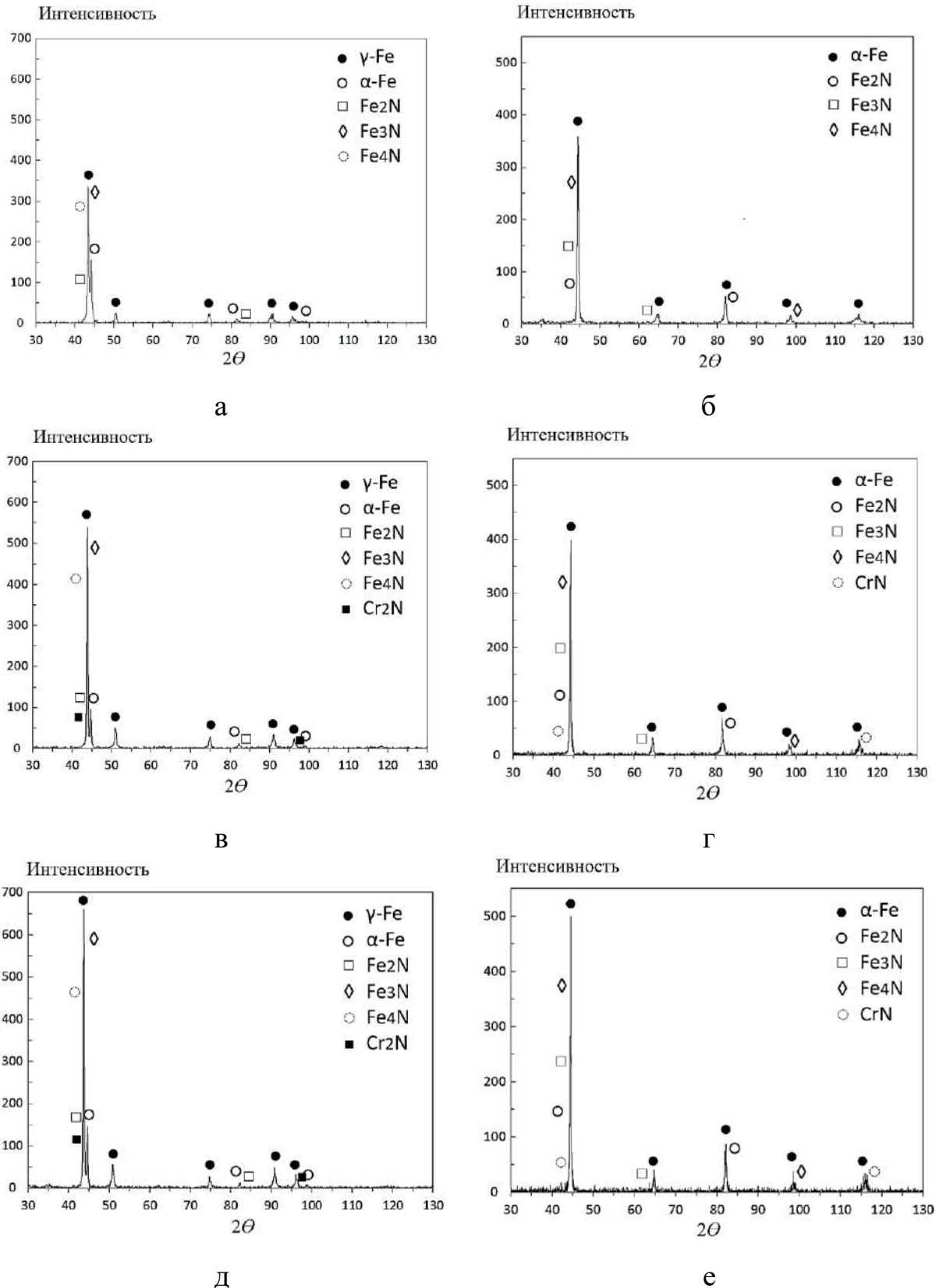


Рисунок 4.20 – Рентгенограммы с поверхности образцов сталей марок 12X18H10T (а, в, д) и 13X11H2B2MФ-Ш (б, г, е) с измельченной структурой после ИА при 450 °С (а, б); 500 °С (в, г); 550 °С (д, е) [8]

Известно, что при ИА в результате образования нитридов  $Cr$  происходит его обеднение в твердом растворе. По данным [49, 167], нитриды  $Cr$  в небольшом количестве начинают образовываться при температурах ИА  $\sim 480^\circ C$  и с увеличением температуры азотирования до  $550^\circ C$  их доля значительно повышается, о чем свидетельствует рост интегральной интенсивности пика  $CrN$ . Поэтому для сохранения коррозионных свойств стали марки 12X18H10T рекомендуется проводить обработку при пониженных температурах [77]. Однако в случае деформационного измельчения структуры материала методом ИПДК нитриды  $Cr$  могут образовываться при более низких температурах [125]. В литературе [167] также отмечается, что увеличение температуры ИА приводит к росту износостойкости аустенитной стали на 20%, за счет увеличения количества нитридов хрома на поверхности материала, которые способствуют повышению твердости и износостойкости.

С увеличением температуры ИА до  $550^\circ C$  количество деформационного мартенсита  $\alpha'-Fe$  уменьшается, а интенсивность пиков  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}N$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$  и нитридов  $Cr$  возрастает (рисунок 4.20, в, д). Уменьшение количества деформационного мартенсита связано с его перекристаллизацией в аустенит. У стали марки 13X11H2B2MФ-III с увеличением температуры ИА заметно некоторое увеличение интенсивности пиков  $\varepsilon$ -фазы, и нитридов легирующих элементов (рисунок 4.20, г, е) [90].

#### **4.5 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на износостойкость поверхности конструкционных сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III после интенсивной пластической деформации кручением**

В диссертационной работе триботехнические испытания исследуемых сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III проводились по схеме полусфера по диску в режиме сухого трения при комнатной температуре. В

качестве полусферы использовался шарик диаметром 3 мм из конструкционной подшипниковой стали ШХ15 с твердостью 60-62 HRC. Величина нормальной нагрузки, приложенной на контртело, составила 4 Н при радиусе вращения образца 3 мм и частотой оборотов 500 об/мин. Величина износостойкости оценивалась по убыли массы в процессе триботехнических испытаний [114, 181].

Снимки треков износа исследуемых сталей после ТО и после ИПДК представлены на рисунке 4.21.

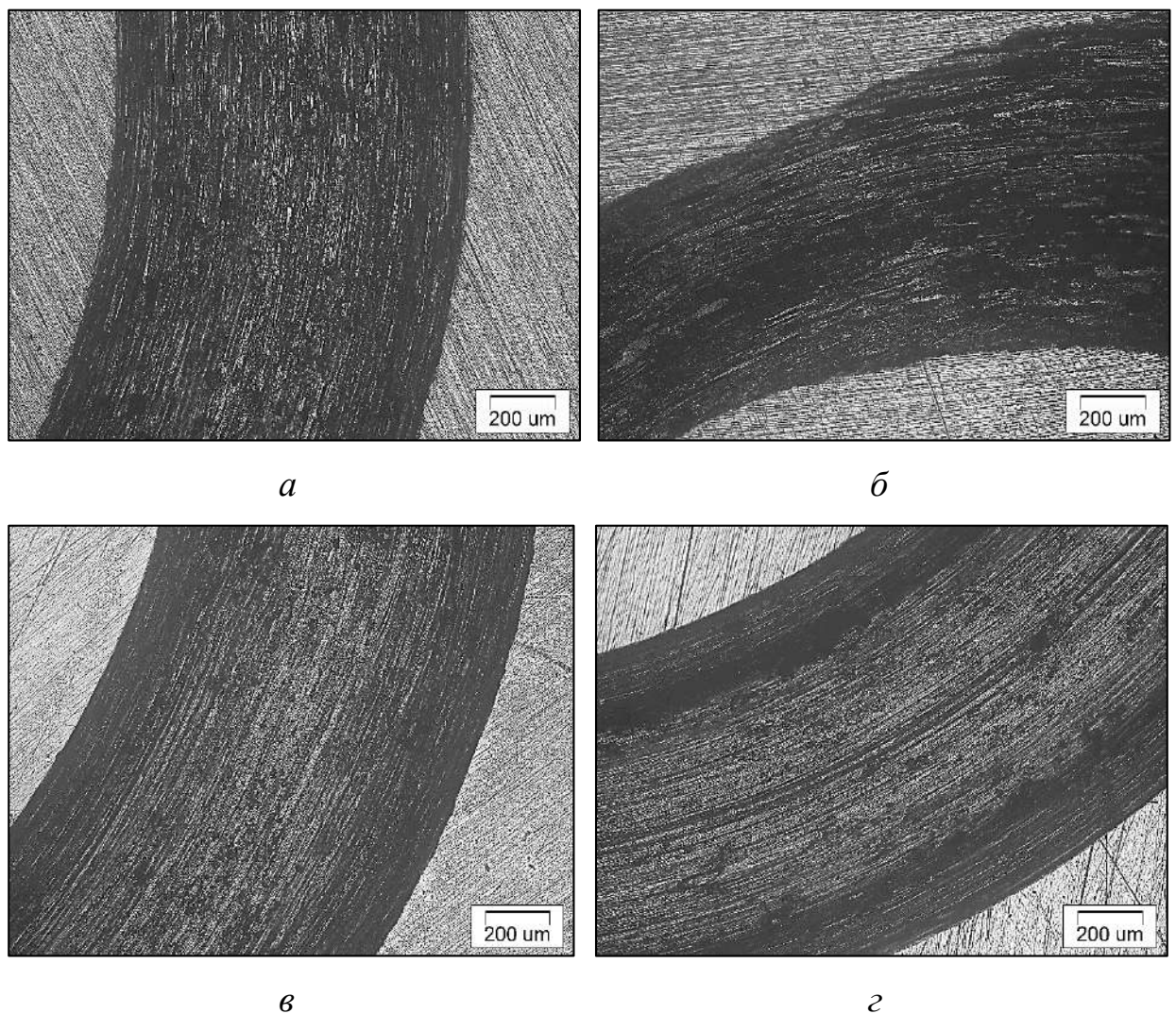


Рисунок 4.21 – Снимки треков износа сталей марок 12Х18Н10Т (а, в) и 13Х11Н2В2МФ-Ш (б, г) после ТО (а, б) и после ИПДК (в, г) [21]



Анализ изображений треков износа исследуемых образцов после ТО (рисунок 4.21, а, б) показал смешанный абразивно-адгезионный характер износа. Это подтверждается наличием следов пластического течения материала, характерных канавок и напльвов, незначительных вырывов металла, а также наличием протяженных следов микрорезов. После деформационного измельчения структуры методом ИПДК (рисунок 4.21, в, г) на треках износа преобладают протяженные следы микрорезов, что характеризует преимущественно абразивный механизм износа [21].

Треки износа образцов исследуемых сталей после предварительного деформационного измельчения структуры методом ИПДК и последующего ИА при различных температурах приведены на рисунках 4.22, 4.23.

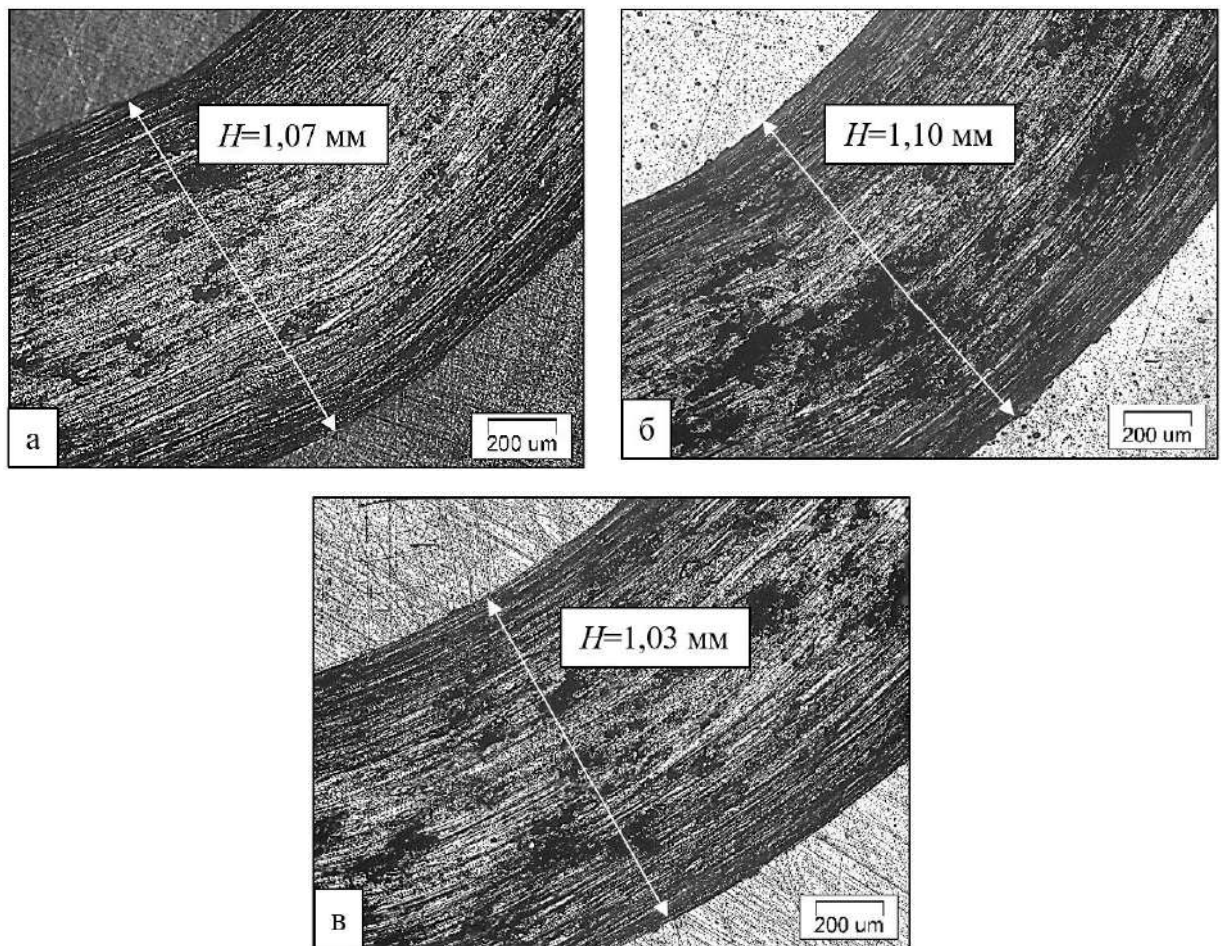


Рисунок 4.22 - Треки износа на образцах из стали марки 12X18H10T после ИПДК и ИА в течение 6 часов при различных температурах обработки:

а – 450 °С; б – 500 °С; в – 550 °С [21]

После ИА (450-550 °С) образцов из аустенитной стали механизм изнашивания характеризуется как преимущественно абразивный. При ИА при 450 °С основной легирующий элемент *Cr* находится в виде твердого раствора и образует твердые соединения  $Cr_2O_3$ , препятствующие адгезионному износу. Также абразивному механизму износа способствует достигаемая высокая степень упрочнения после деформационного измельчения методом ИПДК.

Отмечено [167], что при увеличении температуры азотирования аустенитной стали до 530 °С увеличивается износостойкость материала на ~ 20% вследствие увеличения объемной доли азотистых фаз. Однако на износостойкость материала с измельченной структурой, полученной после ИПДК и последующего ИА влияют два противоположных фактора. С одной стороны, с увеличением температуры ИА с 450 °С до 550 °С увеличивается количества азотистых фаз и нитридов *Cr*, которые повышают механические и эксплуатационные свойства материала. С другой стороны, при увеличении температуры ИА происходит разупрочнение материала вследствие рекристаллизационных процессов, что снижает износостойкость материала. В таких случаях, износостойкость и механизм износа материала будет зависеть от того какой фактор будет превалировать при ИА [21].

Анализ снимков треков износа образца из мартенситной стали (рисунок 4.23) с предварительно измельченной структурой методом ИПДК и последующим ИА при температурах от 450 °С до 550 °С показал, что изнашивание происходит по смешанному механизму с преимущественно абразивным износом, аналогично стали аустенитного класса. Однако степень превалирования того или иного механизма изнашивания зависит от вида и количества образуемых фаз на поверхности материала и скорости рекристаллизационных процессов при повышении температуры ИА [21].

На рисунках 4.24, 4.25 приведены графики изменения  $K_{тр}$  в процессе испытания на износ образцов из аустенитной стали после ТО, ИПДК и ИА при различных температурах.

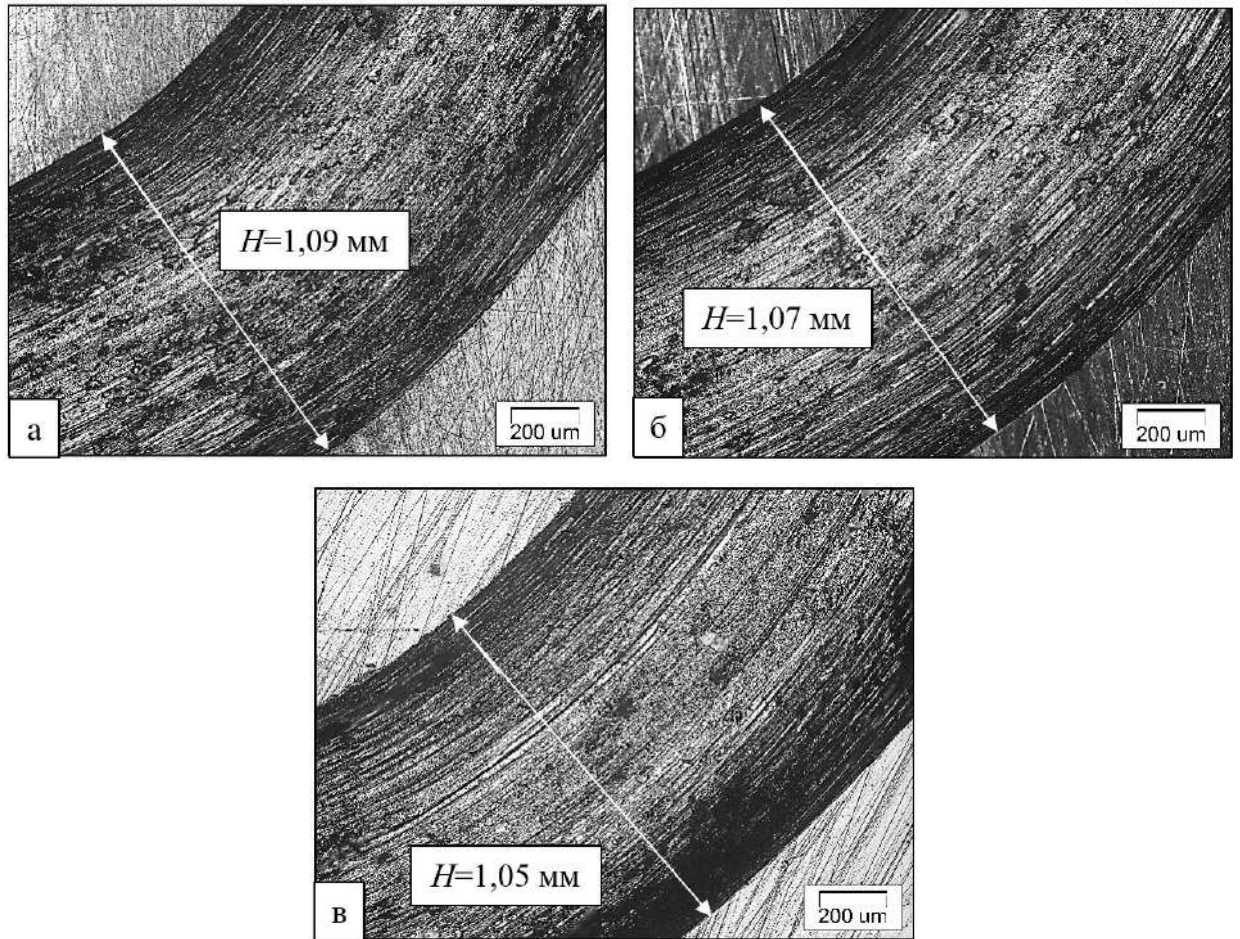


Рисунок 4.23 – Треки износа на образцах из стали марки 13X11H2B2MФ-III после ИПДК и ИА в течение 6 часов при различных температурах:

а - 450; б - 500; в - 550 °С [21]

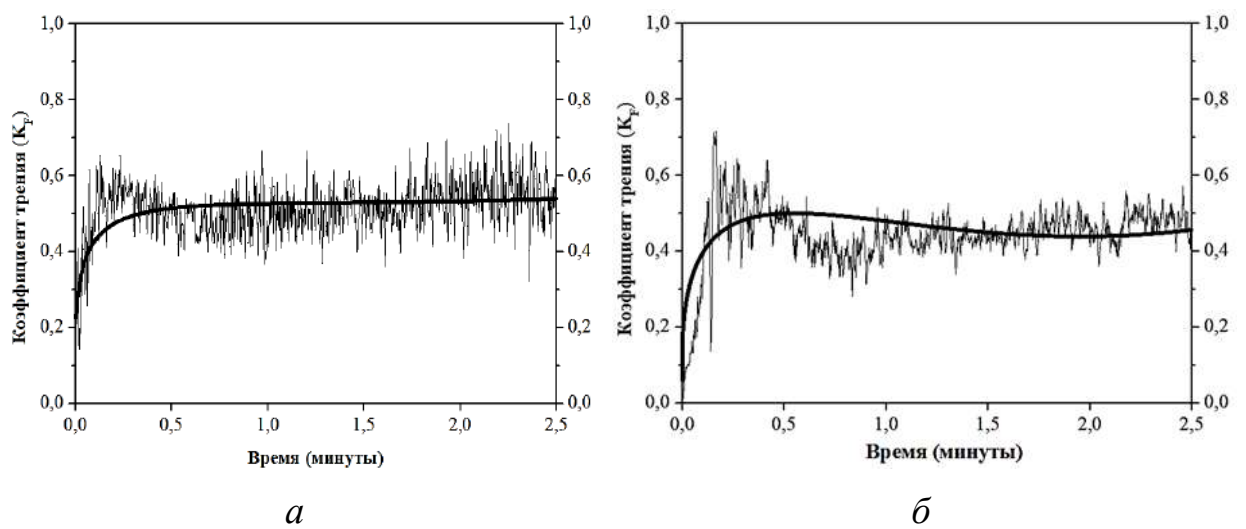


Рисунок 4.24 – Графики изменения  $K_{тр}$  во время изнашивания образцов из стали марки 12X18H10T: а – ТО; б – ИПДК [21]



Результаты анализа графиков изменения  $K_{тр}$  (рисунок 4.24) показали, что после изменения структуры материала методом ИПДК длительность стадии приработки увеличилась с 25 сек до 40 сек. Это связано с ростом механических свойств материала после ИПДК. На стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для образцов составил  $\sim 0,5$  [21].

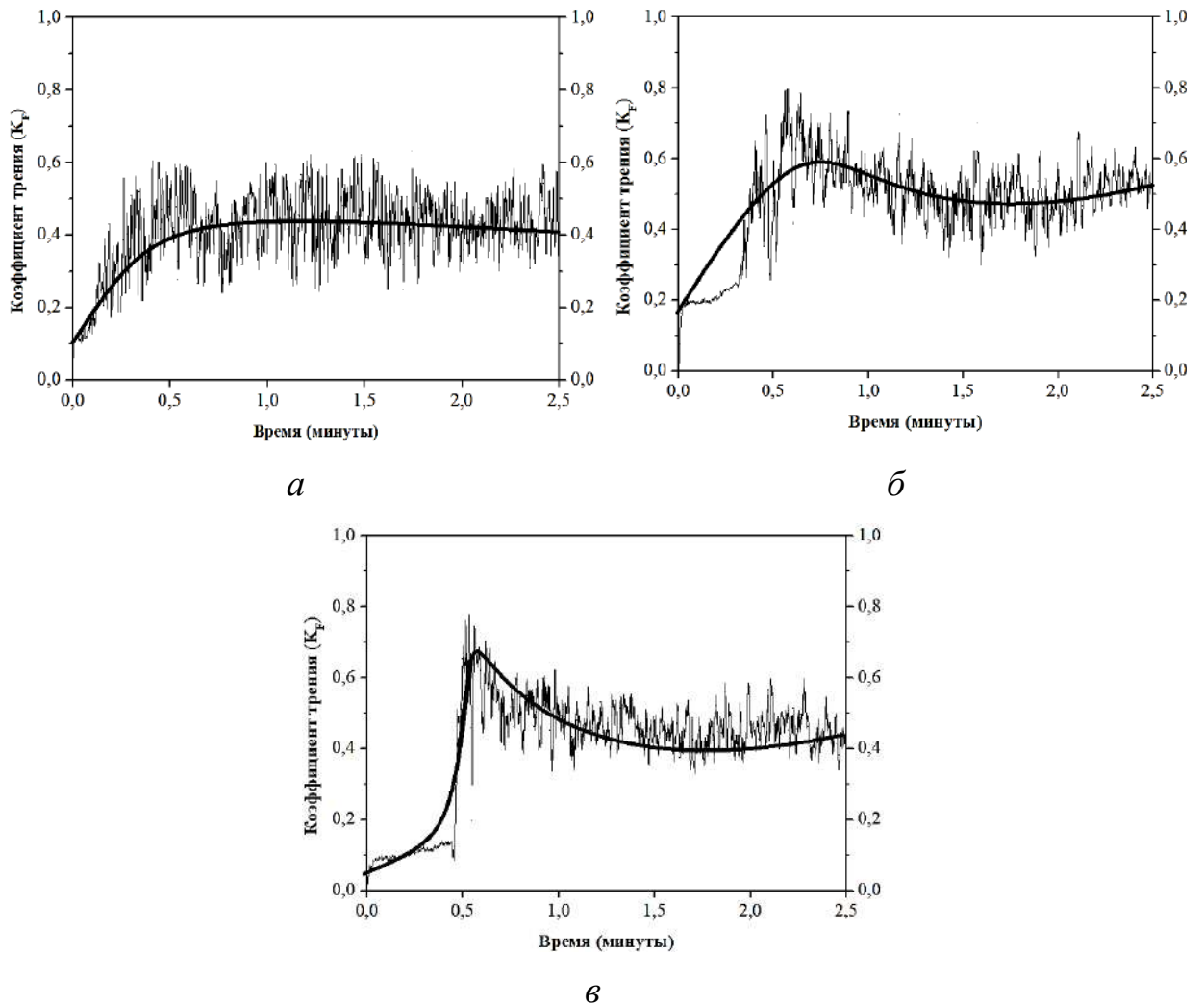


Рисунок 4.25 – Графики изменения  $K_{тр}$  во время изнашивания образцов из стали марки 12X18H10T после ИПДК и ИА при температуре: а – 450 °С; б – 500 °С; в – 550 °С [21]

Результаты анализа графиков изменения  $K_{тр}$  (рисунок 4.21) показали, что после изменения структуры методом ИПДК и последующего ИА при температурах от 450 °С до 550 °С длительность стадии приработки

значительно увеличилась по сравнению с образцами, не прошедшими ИА. Это связано с образованием на поверхности обрабатываемых образцов высокоазотистых фаз и нитридов легирующего элемента *Cr*, повышающих износостойкость материала. Так на стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для образца, прошедшего ИА при 450 °С составил ~ 0,45; при 500 °С – ~ 0,55, при 550 °С – ~ 0,45. Значение  $K_{тр}$  при триботехнических испытаниях влияет на долю адгезионного механизма в процессе изнашивания [21].

На рисунках 4.26, 4.23 приведены графики изменения  $K_{тр}$  в процессе испытания на износ образцов из мартенситной стали после ТО, ИПДК и ИА при различных температурах.

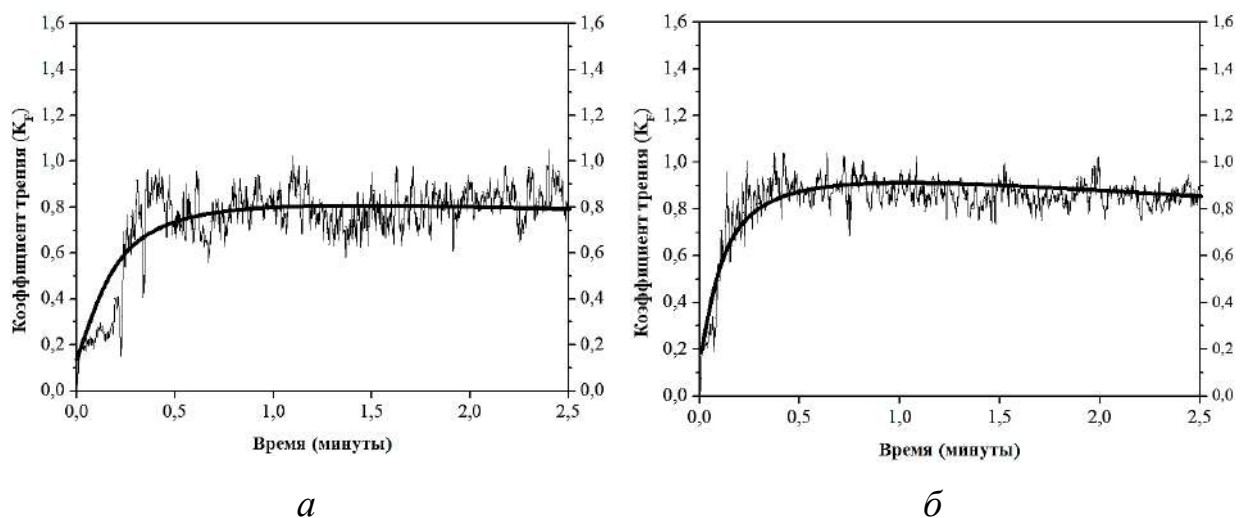


Рисунок 4.26 – Графики изменения  $K_{тр}$  во время изнашивания образцов из стали марки 13X11H2B2MФ-Ш: а – ТО; б – ИПДК [21]

Результаты анализа графиков изменения  $K_{тр}$  (рисунок 4.26) показали, что после изменения структуры материала методом ИПДК длительность стадии приработки практически не изменилась и составила ~ 25 сек. На стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для образцов составил 0,8...0,9 [21].

Результаты анализа графиков изменения  $K_{тр}$  (рисунок 4.23) показали, что после изменения структуры мартенситной стали методом ИПДК и последующего ИА при температурах от 450 °С до 550 °С длительность стадии приработки значительно увеличилась по сравнению с образцами, не

прошедшими ИА и составила  $\sim 60$  с. На стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для всех образцов составил  $0,8 \dots 0,9$  [21].

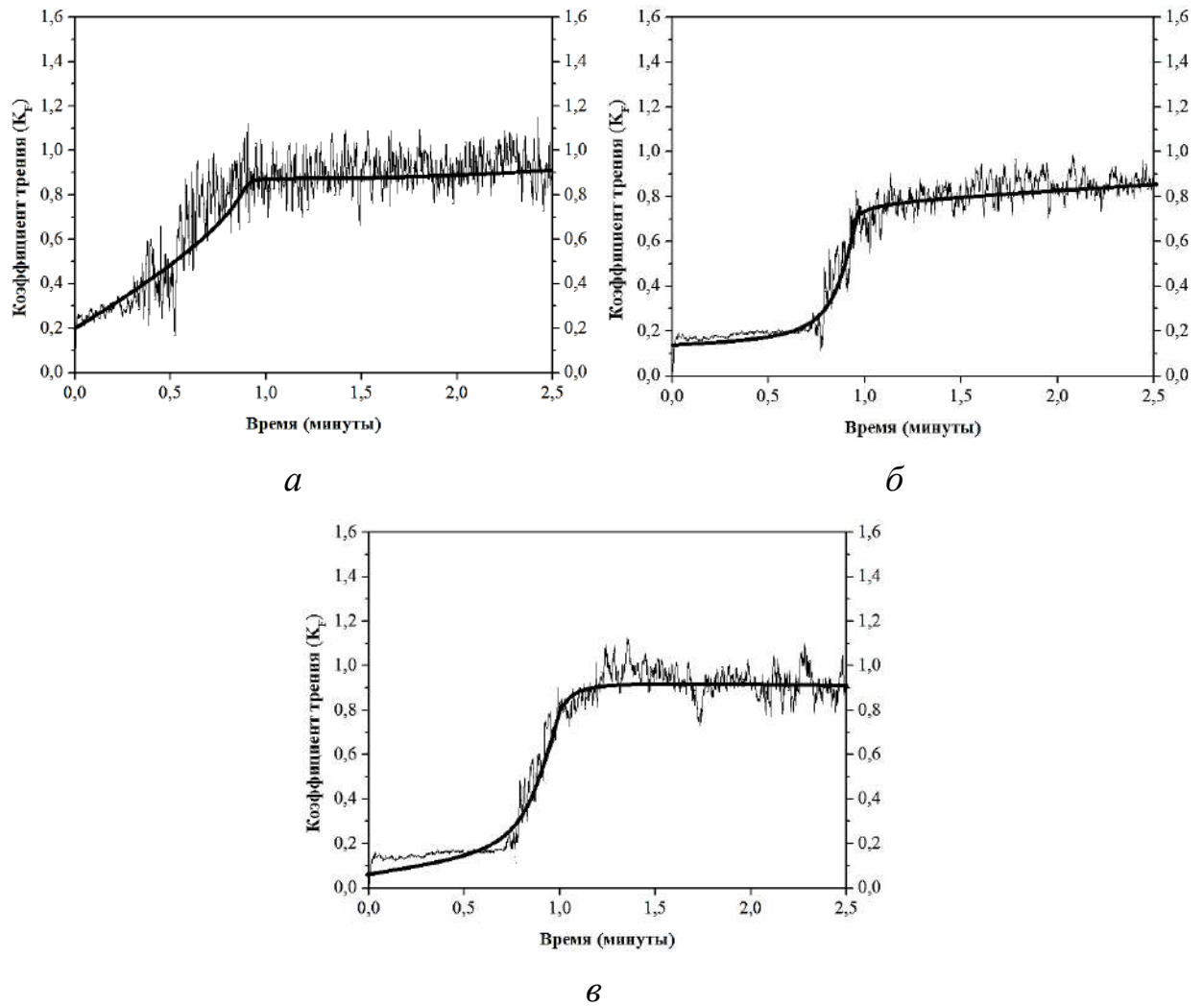


Рисунок 4.27 – Графики изменения  $K_{тр}$  во время изнашивания образцов из стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИПДЖ и ИА при температуре: а –  $450^\circ\text{C}$ ; б –  $500^\circ\text{C}$ ; в –  $550^\circ\text{C}$  [21]

На рисунке 4.28 представлены гистограммы убыли массы образцов после испытания на износ в зависимости от вида обработки стали.

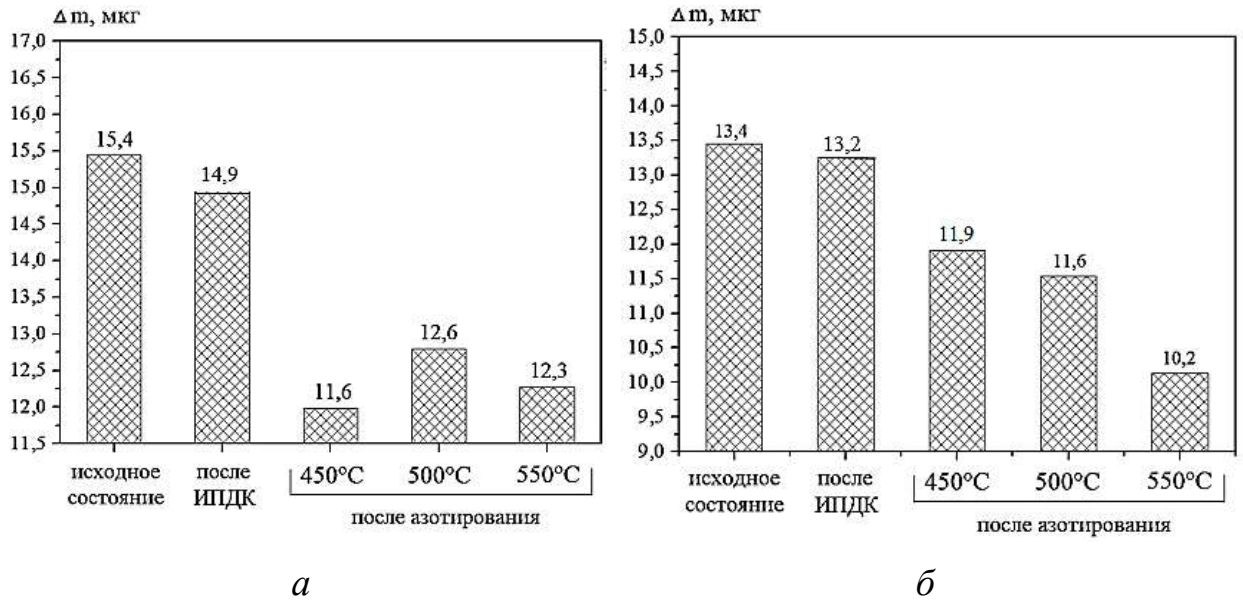


Рисунок 4.28 – Убыль массы образцов, прошедших различную обработку, после испытаний на износ: а – 12X18H10T, б – 13X11H2B2MΦ-Ш [21]

Анализ гистограмм (рисунок 4.28) показал, что ИПДК незначительно увеличивает износостойкость исследуемых сталей, при этом износостойкость стали марки 13X11H2B2MΦ-Ш выше, чем стали марки 12X18H10T. Это связано более высокими механическими свойствами стали после ТО и ИПДК. ИА материала после деформационного измельчения методом ИПДК увеличивает износостойкость исследуемых сталей, при этом износостойкость, по сравнению с исходным состоянием, у стали марки 12X18H10T возрастает на большее значение, чем у стали марки 13X11H2B2MΦ-Ш. Установлено, что у стали марки 12X18H10T максимальная износостойкость достигается при температуре ИА 450 °С, а у стали марки 13X11H2B2MΦ-Ш – при 550 °С. Повышение износостойкости исследуемых сталей вызвано образованием азотированного слоя, состоящего из высокоазотистых нитридов  $\epsilon$ -фазы и нитрида хрома  $CrN$ . При повышении температуры ИА наблюдается некоторое снижение износостойкости поверхности образцов вследствие деградации структуры основы материала и снижение ее твердости, что сказывается на физико-механических свойствах сталей [21].

#### 4.6 Исследование влияния низкотемпературного локального ионного азотирования на структурно-фазовый состав, механические и эксплуатационные свойства поверхностного слоя конструкционной стали марки 12Х18Н10Т после наноструктурирующей фрикционной обработки

Зачастую при эксплуатации к рабочим поверхностям деталей машин, работающих в условиях контактных нагрузок, предъявляются высокие требования. Обеспечить высокие эксплуатационные характеристики поверхности возможно в результате комбинации различных видов ХТО и деформационного измельчения структуры на локальных участках поверхности детали. В таких случаях подвергать деформационному измельчению структуру во всем объеме материала нет необходимости, поскольку, как правило, прочностные свойства сердцевины детали обеспечиваются в результате различных видов ТО.

Поэтому для исследования процесса ЛИА с предварительным деформационным измельчением структуры на отдельных поверхностях детали были использованы образцы из стали марки 12Х18Н10Т, полученные методом наноструктурирующей фрикционной обработки, предоставленные разработчиком способа, заведующим отделом материаловедения и лабораторией механических свойств ИФМ УрО РАН д.т.н. Макаровым А.В.

Исследования проводились на образцах с размерами  $98 \times 38 \times 8,6$  мм, предварительно термообработанных (закалка с  $1050^\circ\text{C}$  в воде). Измельченную структуру на участках поверхности образцов получали алмазным индентором с радиусом  $R=3$  мм в среде  $Ar$  при нагрузке на индентор  $P=392$  Н и количестве проходов  $n=11$ .

Известно [56], что при ионном азотировании стали марки 12Х18Н10Т в диффузионном слое образуется фаза  $\gamma'-Fe_4N$ . По данным [167], при температуре ИА свыше  $480^\circ\text{C}$  начинают образовываться нитриды хрома в азотированном слое, когда как температура  $460^\circ\text{C}$  не приводит к образованию данного нитрида.

Кроме того, сталь аустенитного класса марки 12Х18Н10Т из-за высокого содержания хрома считается трудноазотируемой и понижение температуры азотирования ниже значения  $500^{\circ}\text{C}$  приводит к значительному увеличению длительности обработки и в некоторых случаях становится экономически нецелесообразным. Поэтому с целью интенсификации диффузионных процессов при низких температурах и сохранения коррозионных свойств материала на поверхности образцов получали измельченную структуру методом фрикционной наноструктурирующей обработки.

С целью исследования влияния температуры ЛИА на структуру материала после фрикционной наноструктурирующей обработки были исследованы образцы, обработанные при температурах  $450$ ,  $500$  и  $550^{\circ}\text{C}$  (рисунки 4.29-4.31).

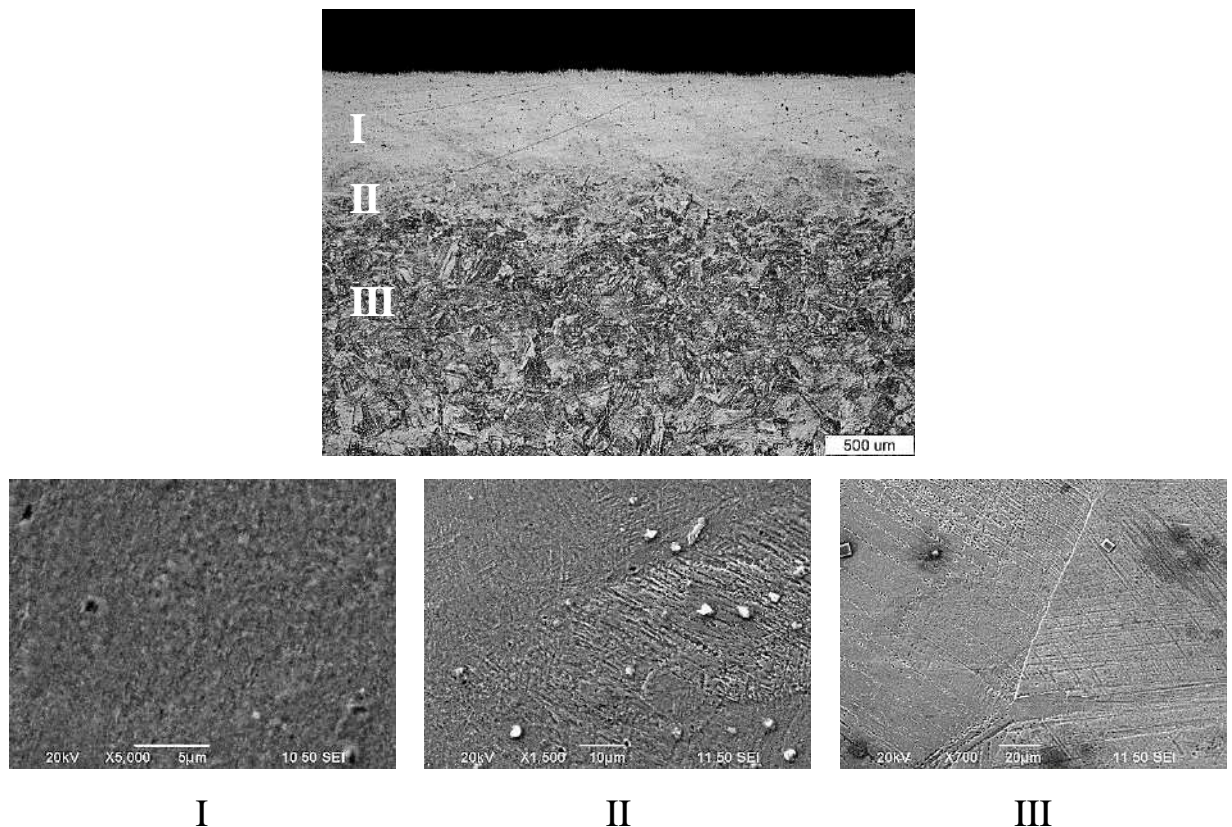


Рисунок 4.29 – Микроструктура стали марки 12Х18Н10Т после фрикционной наноструктурирующей обработки и последующего ЛИА при температуре  $450^{\circ}\text{C}$ :

I – область деформационно-измельченной структуры, II – переходная область,

III – область с исходной структурой



Исследование микроструктуры образцов на поперечных шлифах после ИА показало наличие трех зон: I – зона с измельченной структурой, полученная фрикционной наноструктурирующей обработкой (микротвердость до ИА  $600 \pm 20 HV_{0,1}$ ), II – переходная зона с постепенным переходом к исходной крупнозернистой структуре материала, III – сердцевина материала ( $200 \pm 20 HV_{0,1}$ ). В результате образования измельченной НК структуры модифицированной азотированием при температуре  $450^\circ\text{C}$  диффузионный слой в виде сильно травящейся по границам зерен структуры не выявляется методами оптической металлографии (рисунок 4.29) и требует дополнительных замеров микротвердости по толщине упрочненного слоя.

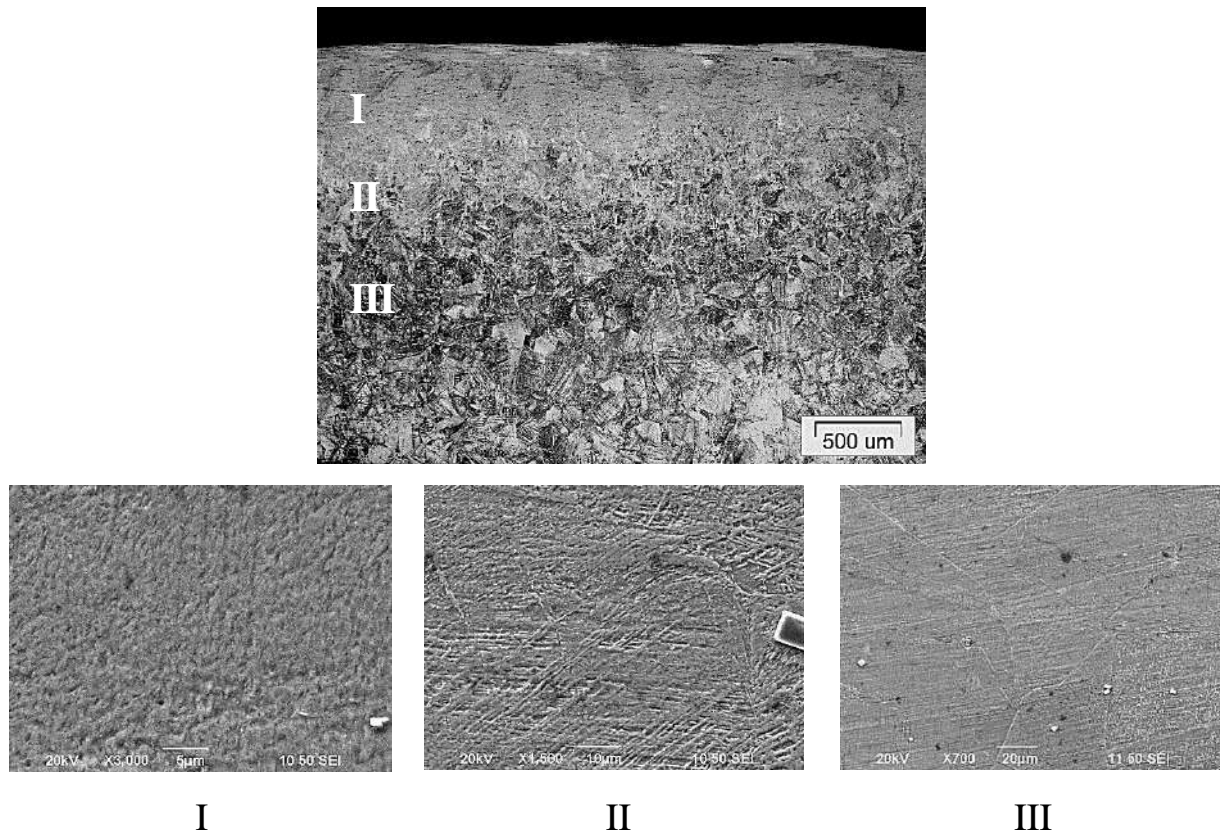


Рисунок 4.30 – Микроструктура стали марки 12X18N10Т после фрикционной наноструктурирующей обработки и последующего ИА при температуре  $500^\circ\text{C}$ : I – область деформационно-измельченной структуры, II – переходная область, III – область с исходной структурой

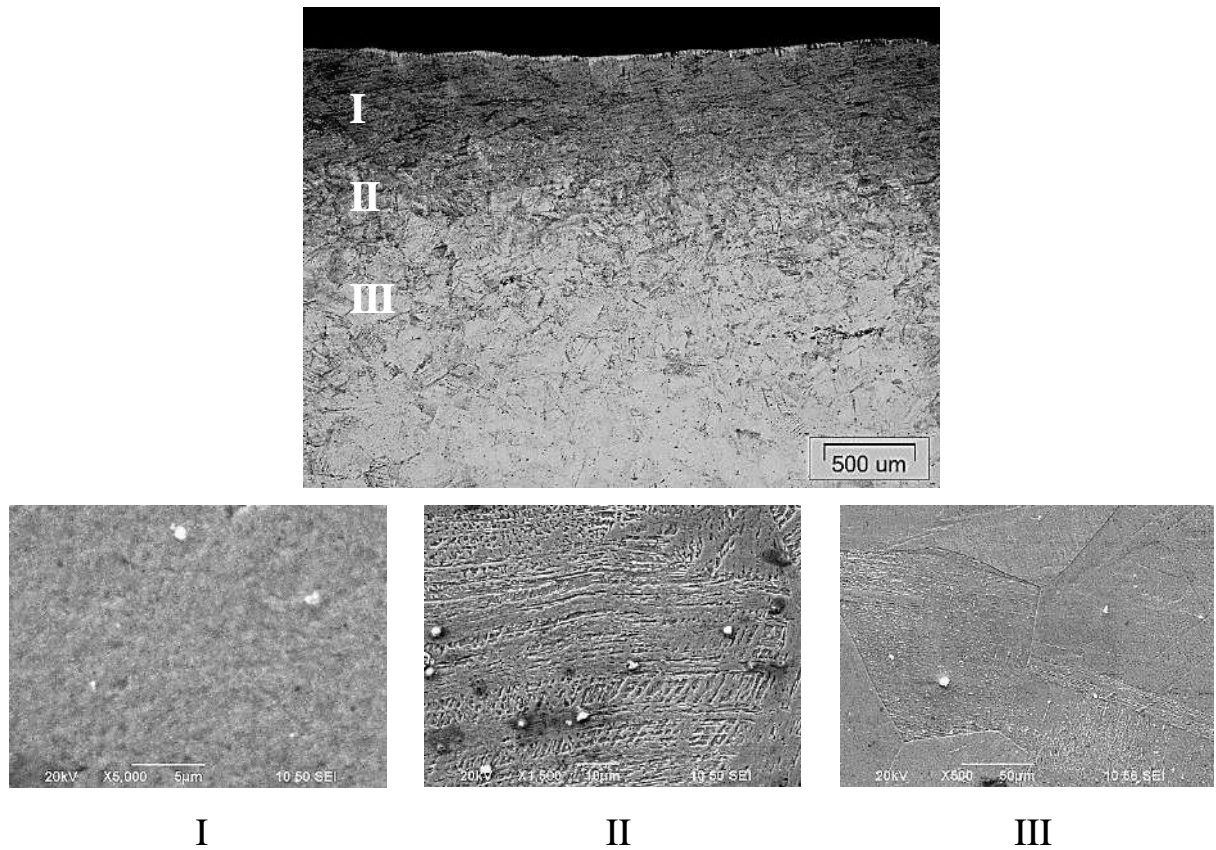


Рисунок 4.31 – Микроструктура стали 12X18H10T после фрикционной наноструктурирующей обработки и последующего ИА при температуре 550°C: I – область деформационно-измельченной структуры, II – переходная область, III – область с исходной структурой

Анализ микроструктуры на поперечных шлифах образцов из стали марки 12X18H10T, азотированных при температурах 500°C (рисунок 4.30), 550°C (рисунок 4.31) также показало наличие трех зон, отличающихся структурой. В процессе ИА происходит диффузионное насыщение поверхностных слоев материала азотом под действием градиента концентрации. Растворение азота в твердом растворе вызывает упругие искажения его решетки, что обуславливает повышенную твердость азотированного слоя. С целью определения толщины упрочненного слоя после ИА при различных температурах 450, 500 и 550°C получены распределения микротвердости в поперечном сечении образцов (рисунок 4.32).



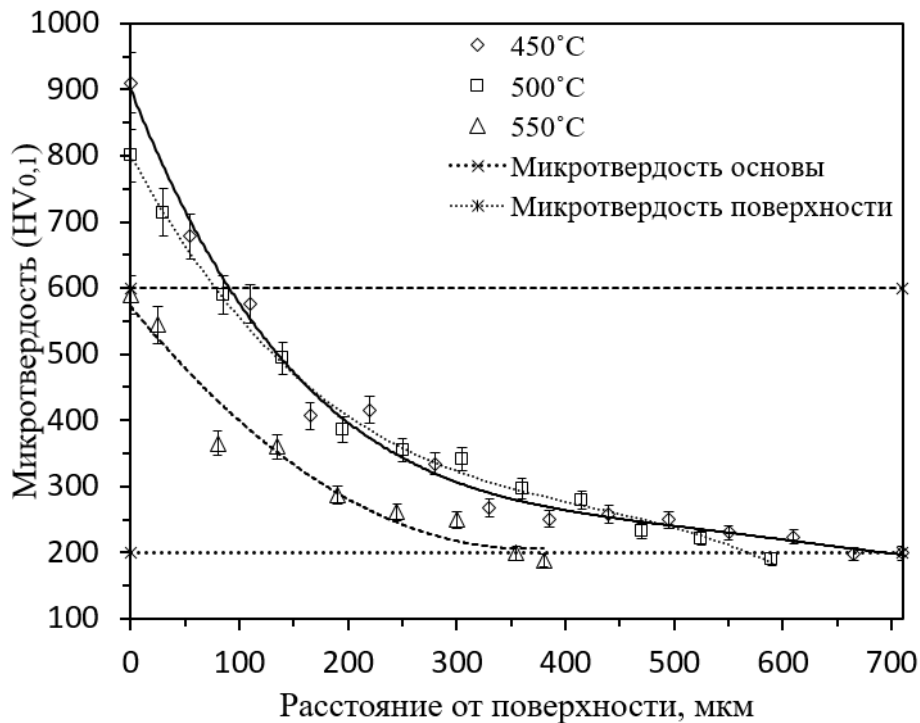
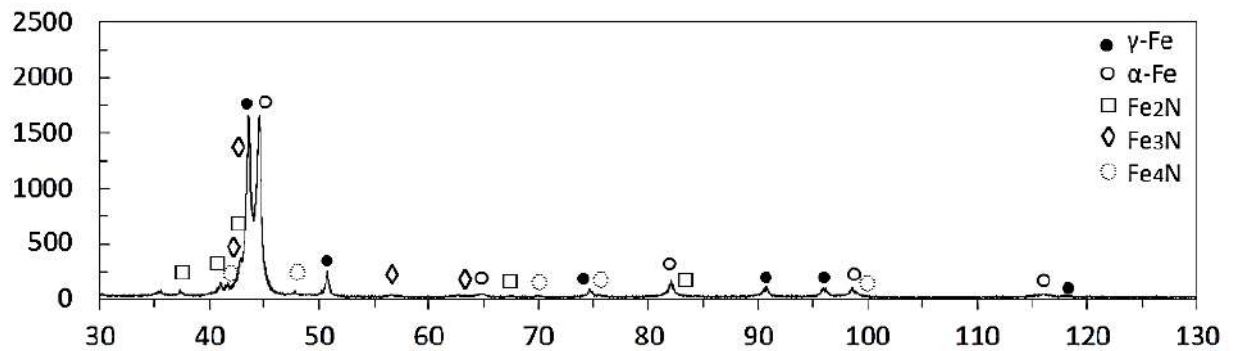


Рисунок 4.32 – Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны стали марки 12X18H10T после фрикционной наноструктурирующей обработки и последующего ИА при различных температурах

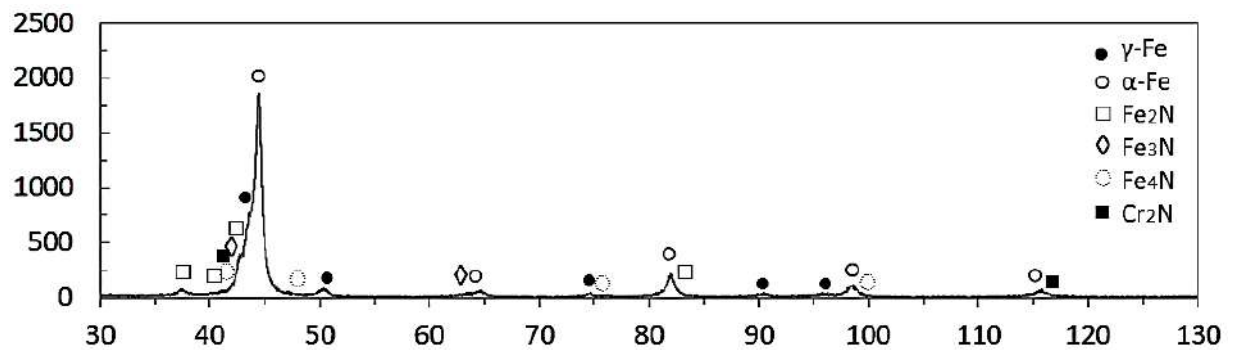
В результате анализа полученных зависимостей изменения микротвердости в поперечном сечении образцов установлено, что наибольшая поверхностная твердость  $910 \pm 20 HV_{0,1}$  (прирост 50%) достигается при температуре 450°C с общей толщиной упрочненного слоя  $\sim 650$  мкм. Увеличение температуры до 500°C приводит к небольшому снижению поверхностной твердости  $800 \pm 20 HV_{0,1}$  (прирост 33%) с толщиной упрочненного слоя до  $\sim 550$  мкм, что вызвано активизацией начальной стадии процесса рекристаллизации. При повышении температуры обработки до 550°C значение поверхностной микротвердости не изменилось, а также произошло значительное снижение толщины упрочненного слоя до  $\sim 380$  мкм вследствие рекристаллизации, роста зерна аустенита и коагуляции мелкодисперсных карбидов Cr. Высокие значения поверхностной твердости при температурах 450-500°C связаны также с выделением дисперсных карбидов  $Cr_{23}C_6$  из мартенсита деформации  $\alpha'$ -фазы, деформационным старением мартенсита с закреплением дислокаций примесными атомами [124].

Рентгенограммы с поверхности образцов из исследуемых сталей после деформационного измельчения структуры методом наноструктурирующей фрикционной обработки и последующего ИА при различных температурах (от 450°C до 550°C) представлены на рисунке 4.33.

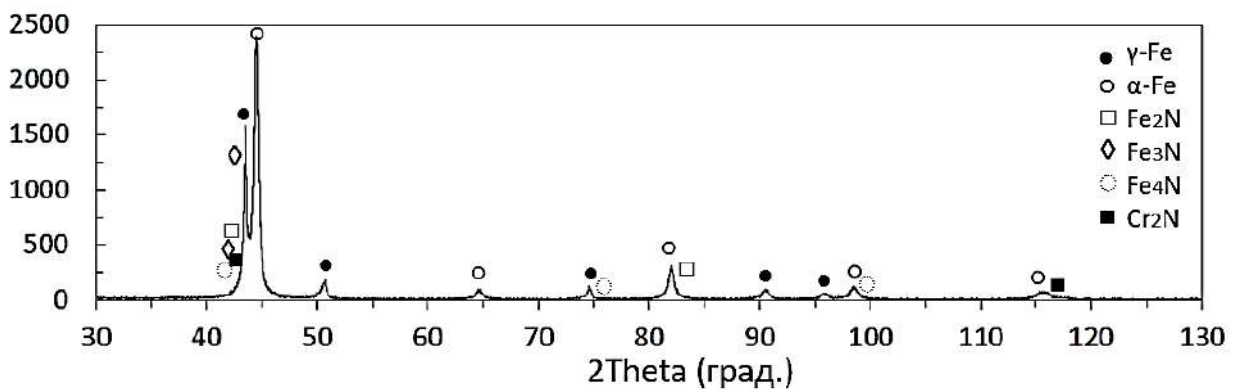
Интенсивность



450°C



500°C



550°C

Рисунок 4.33 – Дифрактограмма с поверхности образца из стали марки 12Х18Н10Т после наноструктурирующей фрикционной обработки и последующего ИА при различных температурах обработки

Известно [124], что структура стали аустенитного класса марки 12Х18Н10Т после ТО, заключающейся в закале, представляет собой крупные зерна  $\gamma$ -Fe. После наноструктурирующей фрикционной обработки в результате достижения значительных величин накопленной пластической деформации происходит деформационное мартенситное превращение  $\gamma \rightarrow \alpha'$  с объемной долей мартенсита деформации 65 % и с размерами кристаллитов мартенситно-аустенитной структуры в приповерхностном слое до 100 нм. Этим обусловлено поверхностное упрочнение материала после наноструктурирующей фрикционной обработки. Эффективность поверхностного упрочнения при ИА зависит от вклада наноструктурирующей фрикционной обработки и от формируемых нитридных фаз после азотирования. Так, при 450°C в приповерхностном слое формируются азотистые  $\epsilon$ -,  $\gamma'$ -фазы, при этом включения  $CrN$ ,  $Cr_2N$  не обнаружены. С увеличением температуры азотирования до 550°C формируются те же фазы, отличающиеся большей величиной объемной доли, о чем свидетельствуют интенсивности рефлексов каждой фазы. Низкие значения поверхностной твердости у образцов, прошедших ИА при 550°C связаны с разупрочнением основы материала несмотря на образование большего количества нитридных фаз (в том числе  $Cr_2N$ , обладающих высокой твердостью) в приповерхностном слое, чем у образцов, прошедших обработку при 450°C.

С целью определения механизмов изнашивания упрочненного поверхностного слоя образцов, прошедших наноструктурирующую фрикционную обработку и последующее ИА при температурах 450, 500, 550°C, были проведены исследования морфологии треков износа методами растровой электронной микроскопии (рисунок 4.34).

Анализ треков износа показал (рисунок 4.34), что изнашивание стали марки 12Х18Н10Т после ИА происходит по смешанному абразивно-адгезионному механизму с разной степенью превалирования абразивного механизма изнашивания. При таком изнашивании в роли абразивных частиц выступают твердые и крупные карбиды как основного металла, так и легирующих

элементов испытуемого материала, а также оксиды, всегда присутствующие на поверхности материала. На микрофотографиях это наблюдается в виде характерных следов (микрорезов). При ИА при 450°C основной легирующий элемент *Cr* находится в виде твердого раствора и образует твердые соединения  $Cr_2O_3$ , препятствующие адгезионному износу. Также абразивному механизму износа способствует достигаемая высокая степень упрочнения после деформационного измельчения методом наноструктурирующей фрикционной обработки. Поэтому на графике изменения  $K_{тр}$  у образца (рисунок 4.35, а), прошедшего обработку при 450°C наблюдается продолжительный ~8 мин и постепенный переход от стадии приработки к стадии нормального изнашивания. На стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для образцов составил ~0,5. При испытании образцы не довели до стадии катастрофического износа.

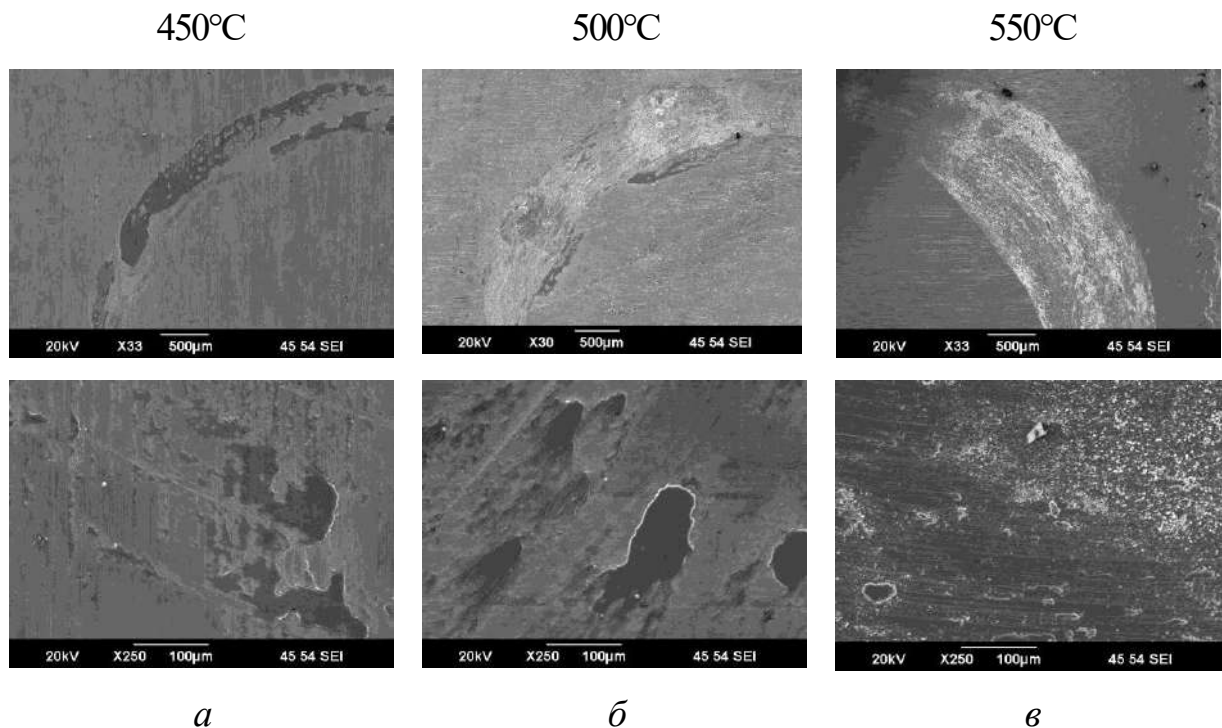


Рисунок 4.34 – Снимки треков износа стали марки 12X18H10T после наноструктурирующей фрикционной обработки и последующего ИА при различных температурах: а – 450°C; б – 500°C; в – 550°C

С увеличением температуры ИА до 500 °С и 550 °С количество  $Cr$ , находящегося в материале в виде твердого раствора уменьшается в результате образования нитридов  $Cr_2N$  (рисунок 4.33), повышающих механические и эксплуатационные свойства материала. С другой стороны, происходит разупрочнение деформационного поверхностного слоя в результате рекристаллизационных процессов, что неблагоприятно сказывается на износостойкости материала (таблица 4.1) [21]. Также установлено, что с увеличением температуры ИА сокращается длительность стадии приработки до 3 мин. На стадии нормального износа средний  $K_{тр}$  для всех образцов находился в диапазоне 0,4...0,5.

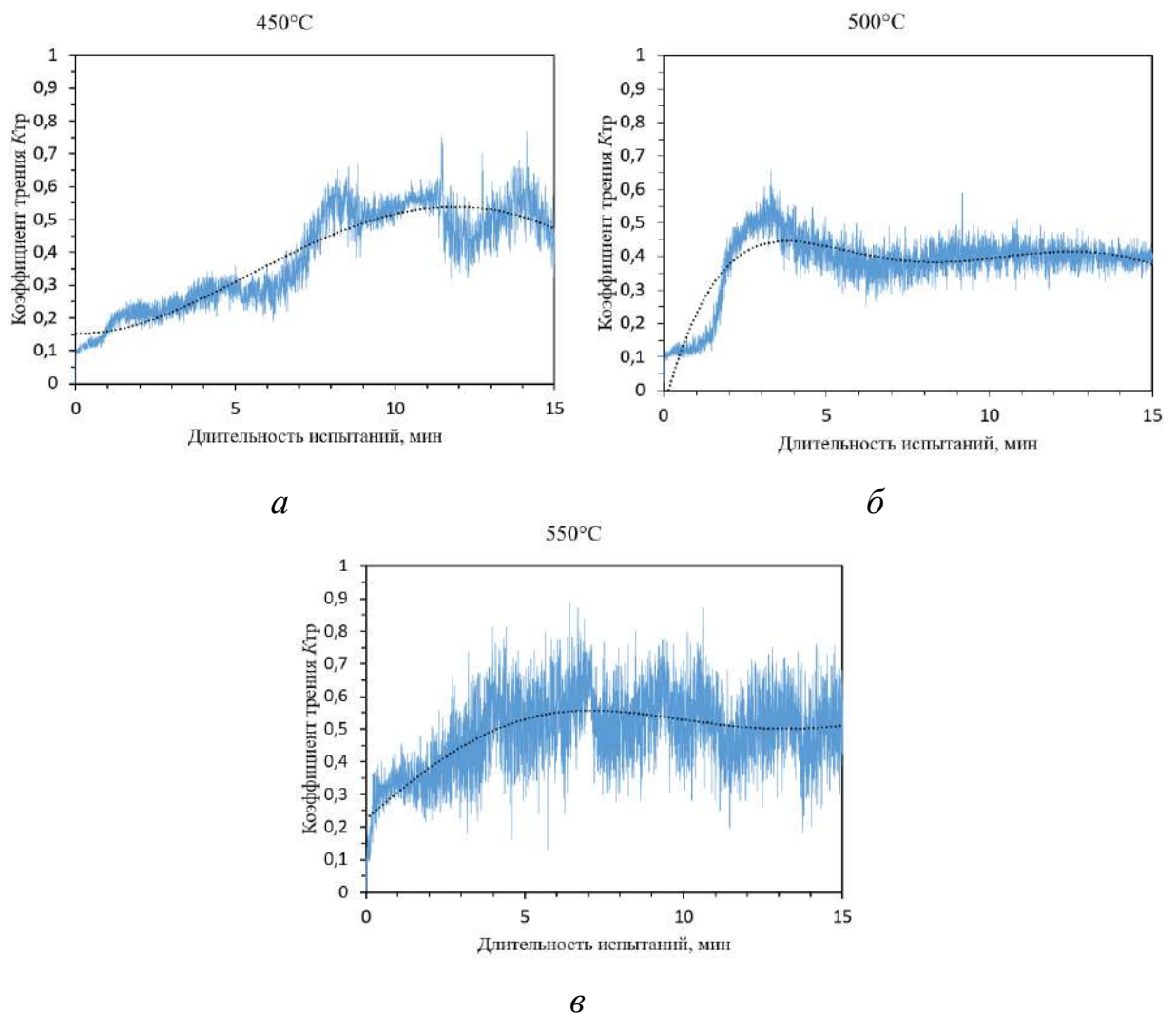


Рисунок 4.35 – Графики изменения  $K_{тр}$  во время изнашивания образцов из стали марки 12X18H10T после наноструктурирующей фрикционной обработки и последующего ИА при различных температурах: а – 450 °С; б – 500 °С; в – 550 °С

Износостойкость азотированных образцов оценивалась по количеству удаленного материала с поверхности в процессе испытания на износ. Результаты испытаний представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты трибологических испытаний стали марки 12X18H10T после наноструктурирующей фрикционной обработки и последующего ИА при различных температурах

Образец	450°С		500°С		550°С	
	масса образца, гр.	масса шарика, гр.	масса образца, гр.	масса шарика, гр.	масса образца, гр.	масса шарика, гр.
до испытаний	28,57513	0,13025	28,67470	0,13024	28,03484	0,13027
после испытаний	28,57442	0,12961	28,67196	0,13001	28,03052	0,13010
убыль массы $\Delta m$	0,00071	0,00064	0,00274	0,00023	0,00432	0,00017

Таким образом, анализ результатов трибологических испытаний показал, что образец из стали марки 12X18H10T, прошедший деформационное измельчение структуры методом наноструктурирующей фрикционной обработки и ИА при температуре обработки 450 °С обладает наибольшей износостойкостью, вследствие сохранения упрочненной деформационным методом исходной структуры, а также формирования в приповерхностном слое азотистых  $\epsilon$ -,  $\gamma'$ -фаз, представленных нитридами  $Fe_{2-3}N$  и  $Fe_4N$ , повышающих микротвердость и износостойкость поверхности материала. С увеличением температуры ИА до 550 °С износостойкость материала падает, в первую очередь, вследствие разупрочнения основы материала (рекристаллизации, роста зерна аустенита и коагуляции мелкодисперсных карбидов  $Cr$ ).

#### Выводы по главе 4

1. Разработан способ интенсификации диффузионного насыщения при низкотемпературном до 450 °С ЛИА путем деформационного измельчения структуры материала методом ИПДК. В результате ЛИА в

течение 6 ч на модельных образцах образуется диффузионный слой в 2-2,5 раза превышающий толщину диффузионного слоя на образцах, не подверженных предварительному деформационному измельчению. Интенсификация диффузионных процессов после ИПДК происходит в результате измельчения структуры материала с образованием большой плотности дефектов и высокоугловых границ зерен.

2. По результатам исследования термической стабильности исследуемых сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш в температурных диапазонах 400-650 °С установлено, что для стали марки 12X18H10T после деформационного измельчения структуры приемлемой температурой ИА является 450°С при которой сохраняются исходные свойства материала, а для стали марки 13X11H2B2MФ-Ш – 500°С вследствие выделения дисперсных частиц карбидов и увеличения твердости основы.
3. Установлено, что после ИПДК и последующего ИА сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш при температурах 450 °С, 500 °С, 550 °С сохраняется неравномерность поверхностной микротвердости по радиусу образца. Максимальная неоднородность поверхностной микротвердости по радиусу образца из стали марки 12X18H10T достигается при температуре ИА 450 °С с соотношением микротвердости на периферии (3/4 радиуса) и в центре образца ~ 1,2 раза, а у стали марки 13X11H2B2MФ-Ш при 500 °С с соотношением микротвердости на периферии и в центре образца ~ 1,3 раза. Также установлено, что с увеличением температуры процесса ИА с 450 °С до 550 °С характер распределения поверхностной микротвердости по радиусу модельного образца выравнивается, что, в свою очередь, связано с процессами рекристаллизации основы материала прошедшего деформационное измельчение методом ИПДК.
4. Установлено, что для стали марки 12X18H10T с измельченной структурой, полученной методом ИПДК после ИА при 450 °С на

поверхности обнаружены рефлексы  $\epsilon$ -фазы  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\gamma'$ -фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$  и деформационного мартенсита  $\alpha'$ -Fe. На поверхности мартенситной стали марки 13X11H2B2MФ-Ш обнаружены рефлексы тех же азотистых фаз. У обеих марок сталей при температуре ИА 450 °С не обнаружены рефлексы нитридов Cr. С увеличением температуры ИА до 550 °С для исследуемых сталей интенсивность пиков  $\epsilon$ -фазы  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\gamma'$ -фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$  и нитридов Cr возрастает, при этом у стали марки 12X18H10T количество деформационного мартенсита  $\alpha'$ -Fe уменьшается в результате  $\gamma \rightarrow \alpha'$  перехода.

5. Результаты трибологических испытаний показали, что ИПДК незначительно увеличивает износостойкость исследуемых сталей, при этом износостойкость стали марки 13X11H2B2MФ-Ш выше чем у стали марки 12X18H10T в связи с более высокими механическими свойствами стали после ТО и ИПДК. ИА материала после деформационного измельчения методом ИПДК увеличивает износостойкость исследуемых сталей. При этом установлено, что у стали марки 12X18H10T максимальная износостойкость достигается при температуре ИА 450 °С, а у стали марки 13X11H2B2MФ-Ш при 550 °С.
6. Разработан способ ЛИА материала предварительно прошедшего деформационного поверхностное измельчение методом наноструктурирующей фрикционной обработки, в результате которого на поперечных шлифах образцов образуются три зоны: I – зона с измельченной структурой, полученная фрикционной наноструктурирующей обработкой (микротвердость до ИА  $600 \pm 20 \text{ HV}_{0,1}$ ), II – переходная зона с постепенным переходом к исходной крупнозернистой структуре материала, III – сердцевина материала ( $200 \pm 20 \text{ HV}_{0,1}$ ).
7. Установлено, что наибольшая поверхностная твердость  $910 \pm 20 \text{ HV}_{0,1}$  (прирост 50%) достигается при температуре ИА 450 °С с общей толщиной упрочненного слоя ~650 мкм. Также установлено, что образец



из стали марки 12Х18Н10Т прошедший деформационное измельчение структуры методом наноструктурирующей фрикционной обработки и ИА при температуре 450 °С обладает наибольшей износостойкостью, вследствие сохранения упрочненной деформационным методом исходной структуры, а также формирования в приповерхностном слое азотистых  $\epsilon$ -,  $\gamma'$ -фаз, представленных нитридами  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  и  $\text{Fe}_4\text{N}$ , повышающих микротвердость и износостойкость поверхности материала.

## 5. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ МАРОК 16ХЗНВФМБ-Ш И 38ХМЮА ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ПОЛЫМ КАТОДОМ

### 5.1 Разработка новых технических подходов для реализации технологии локального ионного азотирования с полым катодом

Известно [82], что в процессе эксплуатации сопрягаемые участки деталей машин и механизмов подвергаются интенсивному изнашиванию. В диссертационной работе для упрочнения сопрягаемых поверхностей деталей из сталей мартенситного 16ХЗНВФМБ-Ш и перлитного 38ХМЮА классов предлагается метод ЛИА с ПК. Для реализации данного метода были разработаны и запатентованы способы ЛИА с ПК (патенты РФ №2534697, 2534906, 2534907) (Приложение В).

Сущность способов заключается в том, что участок детали, потенциально подверженный наибольшему износу, обрабатывается в плазме ТР повышенной плотности, которая создается в ПК. ПК представляет собой полость, образованную между обрабатываемой поверхностью и расположенным на расстоянии  $h \sim 3 \dots 8$  мм от нее технологическим экраном в виде сетки (рисунок 5.1) [20].

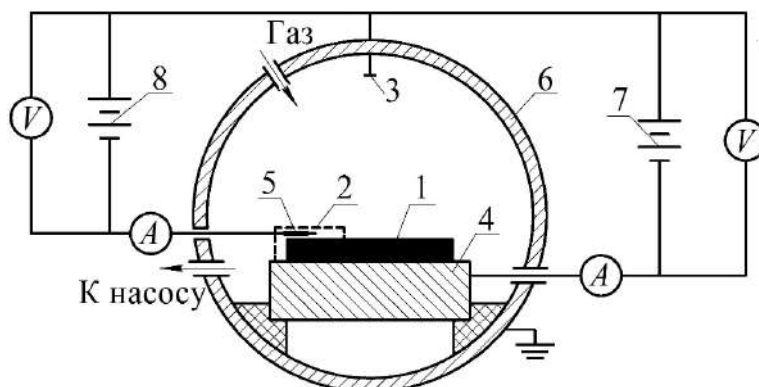


Рисунок 5.1 – Схема проведения ЛИА с ПК: 1 – азотируемый образец, 2 – технологический экран для создания ПК, 3 – анод, 4 – катод, 5 – зонд Ленгмюра, 6 – вакуумная камера, 7 – источник питания ТР, 8 – источник питания зонда [20]

Азотируемый образец и экран находятся под отрицательным потенциалом, тем самым создавая прикатодный барьер для высокоэнергичных электронов, многократно осциллирующих в полости ПК. В результате осцилляции время жизни электронов возрастает, что приводит к более эффективным процессам ионизации и возбуждения молекул газа (образования активного азота в газовой фазе), формируя плазму ТР с повышенной концентрацией заряженных частиц [183].

Эффект ПК можно наблюдать визуально в виде интенсивного свечения. В условиях проявления эффекта ПК скорость насыщения поверхности диффундирующим элементом – азотом существенно выше, по сравнению с участками, на которых данный эффект не проявляется, вследствие увеличения концентрации азота на поверхности обрабатываемого материала. Это приводит к интенсификации процесса диффузионного насыщения на высоконагруженных участках детали, сокращению длительности обработки и формированию упрочненного слоя с улучшенным комплексом свойств [183].

Исходя из условий поддержания температуры садки  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  (определяется предшествующей ТО сталей), стабильности горения ТР при проявлении ЭПК, было выбрано значение рабочего давления в вакуумной камере при ЛИА с ПК равное  $\sim 60\text{ Па}$ .

В качестве рабочего газа была выбрана многокомпонентная газовая смесь  $70\% \text{ Ar}$ ,  $25\% \text{ N}_2$ ,  $5\% \text{ C}_2\text{H}_2$ . Ацетилен в газовой смеси необходим для восстановления остаточного кислорода в рабочей атмосфере и для регулирования состава диффузионной зоны по углероду для сталей (например, марки 38ХМЮА), склонных к обезуглероживанию в результате ТО [72].

С целью разработки технологии ЛИА с ПК сталей мартенситного 16ХЗНВФМБ-Ш и перлитного 38ХМЮА классов в диссертационной работе проведены исследования влияния ЭПК при ИА на структуру, фазовый состав, твердость и износостойкость азотированного слоя.

## 5.2 Исследование влияния локального ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом на структуру поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА

ЛИА с ПК подвергались образцы из сталей мартенситного 16ХЗНВФМБ-Ш и перлитного 38ХМЮА классов, которые нашли широкое применение в авиадвигателестроении. Как правило, детали (шестерни, зубчатые колеса, валы и др.) газотурбинных двигателей и установок работают в условиях высоких нагрузок. Для формирования требуемых свойств в материале, согласно конструкторской документации, заготовки подвергаются ТО. При недостаточном сопротивлении сердцевины материала пластической деформации возможно продавливание азотированного слоя, а также развитие на рабочей поверхности детали глубинных контактных разрушений. На рисунке 5.2 изображены микроструктуры исследуемых сталей после ТО [71].

ТО для высокопрочной комплексно-легированной мартенситостареющей стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш заключалась в закалке с 930°C и последующего высокого отпуска при 600°C. Для выявления структуры сердцевины материала и диффузионного слоя образцы исследуемых сталей подвергались травлению в 4% растворе азотной кислоты. Анализ микроструктуры стали показал, что высокий отпуск после закалки стали приводит к диффузионному перераспределению атомов углерода с образованием ферритно-цементитной смеси с выделением карбидов основного металла и легирующих элементов в виде цепочек вдоль границ зерен [71]. Комплексное легирование стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш такими элементами, как *Cr*, *Mo*, *W*, *V*, *Nb* позволяет обеспечить ей высокую теплостойкость.

ТО для стали марки 38ХМЮА заключалась в закалке с 940°C и последующего высокого отпуска при 600°C, после которой в структуре стали наблюдался троостит отпуска в виде темной игольчатой структуры на фоне светлых полей мартенсита [69]. Выдержка при ТО у такой стали должна быть в 1,5 раза длительнее из-за медленных диффузионных процессов у стали с содержанием легирующего компонента *Al*. Отличительной особенностью

стали марки 38ХМЮА является присутствие в составе материала легирующего элемента  $Al$ , из-за которого при ТО и ХТО на поверхности материала может образовываться обезуглероженный слой, повышенная хрупкость упрочненного слоя и коробление. Охлаждение деталей при закалке проводят в воде или масле и зависит от их габаритов.

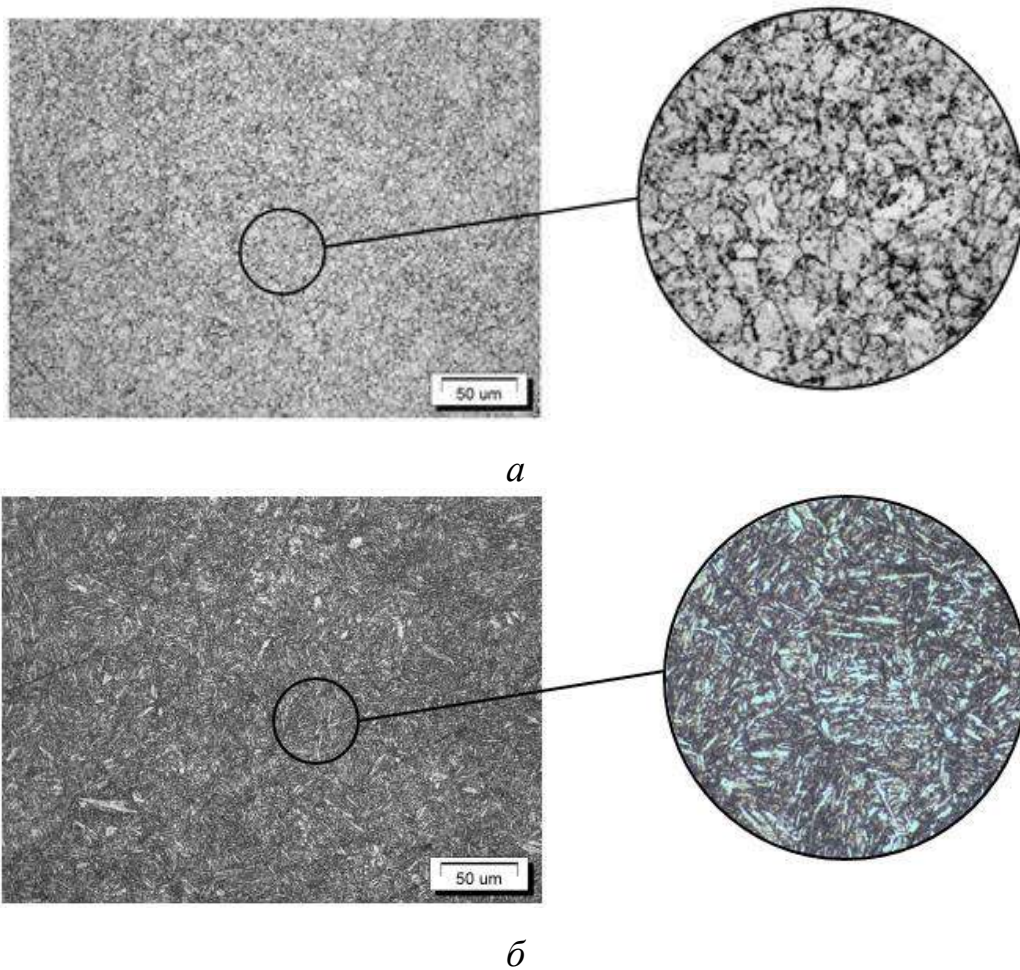


Рисунок 5.2 – Микроструктура сталей марок 16Х3НВФМБ-III (а) и 38ХМЮА (б) после ТО [181]

На рисунке 5.3 представлены микроструктуры исследуемых сталей после ЛИА с ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В,  $t=12$  ч,  $h=5$  мм.

Исследование микроструктур (рисунок 5.3, а, б) исследуемых сталей после ЛИА с ПК показало наличие 2-х участков, отличающихся толщиной азотированного слоя: I – азотированная с ПК, II – азотированная без ПК. Азотированный слой на оптических снимках проявляется как темный сильно травящийся слой.



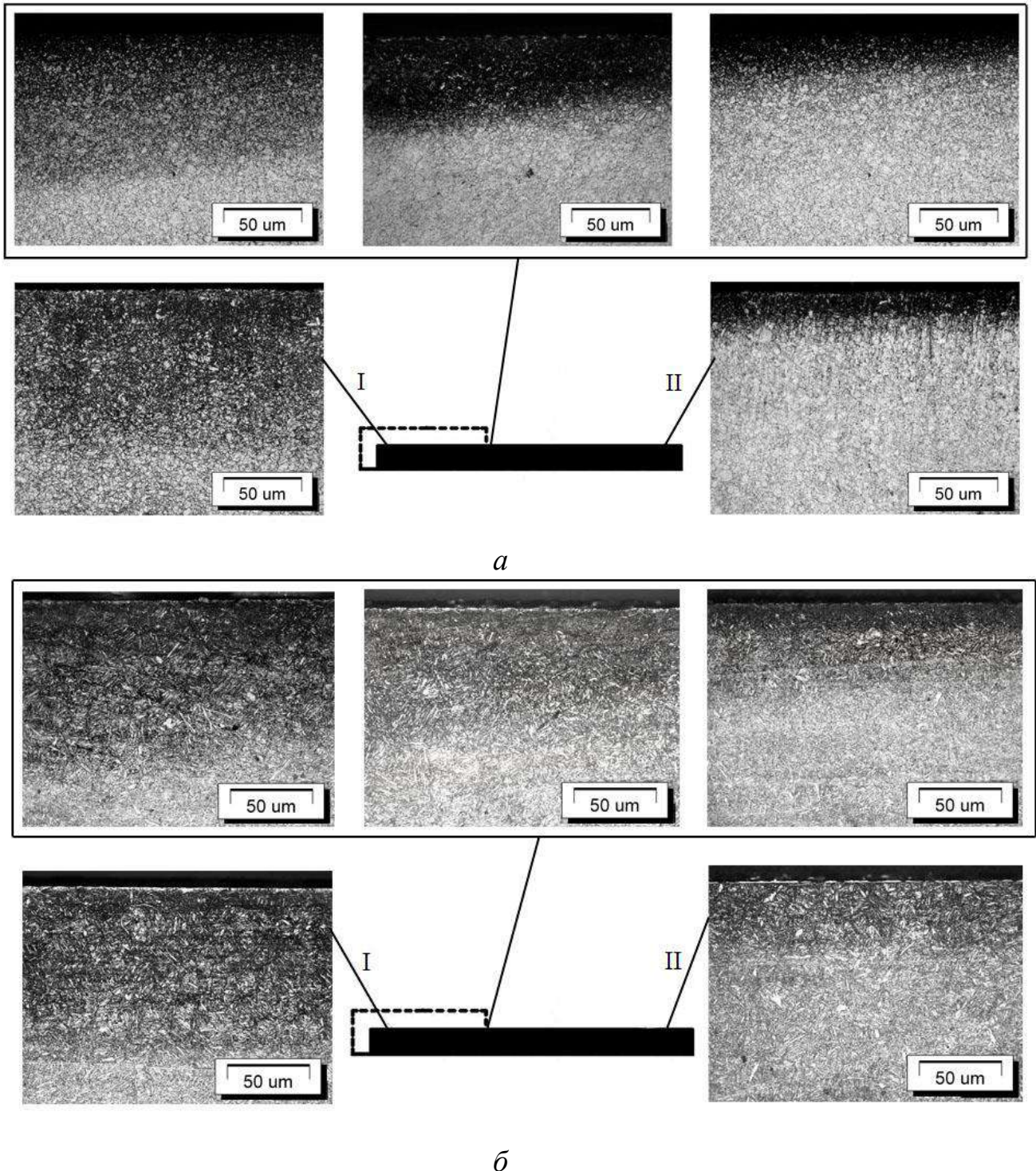


Рисунок 5.3 – Микроструктура сталей марок 16X3NBФМБ-Ш (а) и 38ХМЮА (б) после ЛИА с ПК: I – азотирование с ПК, II – азотирование без ПК [181]

По результатам анализа микроструктур азотированных образцов (рисунок 5.3) установлено, что при ИА с ПК толщина азотированного слоя в 2-2,5 раза больше, чем при ИА без ПК при температуре подложки 550°С и длительности упрочнения 12 ч. Интенсификация процесса диффузионного насыщения на

участках ИА с ПК связана с высоким градиентом концентрации адсорбата на поверхности материала [69, 71]. Длина переходной зоны для исследуемых сталей составила ~ 3 мм. Характер перехода плавный, что подтверждается постепенным изменением толщины азотированного слоя на оптических снимках. Также анализ микроструктур исследуемых сталей показал плавный переход азотированного слоя к сердцевине материала, о чем свидетельствует градиентное изменение темного сильно травящего слоя [70, 187].

Структурно-фазовый состав и толщина упрочненного слоя (путем расширения или сужения  $\varepsilon$ ,  $\gamma'$  и  $\alpha$  фаз) при ЛИА с ПК может регулироваться в зависимости от параметров самого процесса ИА и технологического экрана. В случае ЛИА с ПК хромоалюминиевомолибденовой стали при температуре ниже эвтектоидной, сначала на поверхности материала образуется  $\alpha$ -фаза с ОЦК решеткой. По мере приближения концентрации  $\alpha$ -фазы к насыщению, на поверхности начинают образовываться мелкодисперсные нитриды. Азот образует нитриды, в первую очередь с элементами, имеющими большее сродство с азотом, в следующей последовательности *Al*, *Mo*, *Cr*. По мере увеличения концентрации диффундирующего элемента в  $\alpha$ -фазе с ОЦК решеткой происходит ее перестраивание (перекристаллизация) в  $\gamma'$ -фазу с ГЦК решеткой и в дальнейшем в  $\varepsilon$ -фазу с ГП решеткой [56]. При этом концентрация азота меняется скачкообразно. Поскольку процесс ЛИА с ПК проводили в газовой смеси с содержанием  $C_2H_2$  5%,  $\varepsilon$ -фаза несомненно имеет карбонитридную природу.

Поэтому структура упрочненного слоя после ЛИА состоит из послойных нитридных фаз, начиная с поверхности слоем тонкой  $\varepsilon$ -фазы, имеющая столбчатую структуру, которая на снимках, сделанных с помощью оптического микроскопа выглядит бесструктурной в виде белой полосы, по сравнению с зоной внутреннего азотирования. Далее вглубь идут двухфазные области  $\varepsilon+\gamma'$  и  $\gamma'+\alpha$  и самая протяженная область –  $\alpha$ -фаза [56]. Большая протяженность  $\alpha$ -фазы связана с небольшой растворимостью азота и большим коэффициентом диффузии по отношению к другим фазам. На оптических

снимках после травления перечисленные области выглядят в виде темных полос, изменяющихся по цвету от серого к черному. Определить полную толщину  $\alpha$ -фазы на оптических снимках невозможно.

Отличительной особенностью микроструктуры стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ЛИА с ПК по сравнению со сталью марки 38ХМЮА является образование  $\varepsilon$ - и  $\gamma'$ -фаз с менее развитой зоной. Диффузионный слой состоит из азотистой  $\alpha$ -фазы, обедненной легирующими элементами, карбидов  $M_3C$ , избыточной  $\gamma'$ -фазы  $(Fe, M)_4N$  и нитридов легирующих элементов [56].

Следует отметить, что переходные легирующие элементы ( $W, Mo, Cr, V$ ) в сталях повышают растворимость азота в  $\alpha$ -фазе и образуют нитриды  $MeN$  и  $Me_2N$ , а в  $\varepsilon$ -фазе – нерастворимы или уменьшают концентрацию азота и ее толщину, однако повышают ее твердость и сопротивление износу. Причиной уменьшения толщины азотированного слоя является выделение в поверхностном слое устойчивых нитридов, затрудняющих процесс диффузии. В процессе ЛИА с ПК происходит активное распыление упрочняемой поверхности крупными и тяжелыми ионами  $Ar$ , в том числе и нитридов, препятствующих процессу диффузии, что также способствует эффективности процесса ИА. Также сужает область  $\varepsilon$ - и  $\gamma'$ - фаз присутствие в смеси рабочего газа  $H_2$ . Сплошной слой нитридов при ЛИА с ПК образуется только при длительных операциях азотирования от 20 часов (рисунок 5.4). При этом  $\varepsilon$ -фаза устремляется вглубь материала по границам зерен в виде белых прожилок, поскольку при ИА механизм диффузии по границам зерен преобладает перед механизмом диффузии по телу зерна (внутрикристаллитной) [56].

Структура азотированного слоя с углублением вглубь материала  $\varepsilon$ -фазы в виде сетки с толстыми прожилками по границам зерен является нежелательной, поскольку может привести к поломке и преждевременному выходу изделия из строя. Зачастую подобную структуру, на примере стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш (рисунок 5.5) можно наблюдать на острых кромках деталей.



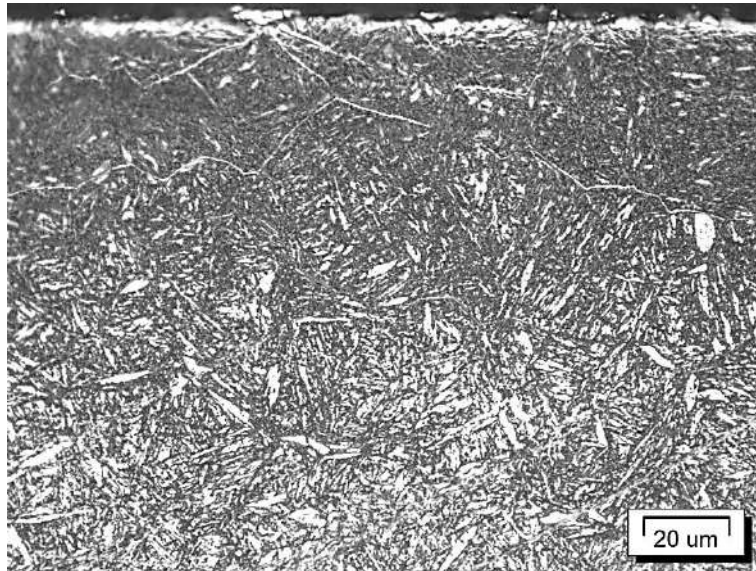


Рисунок 5.4 – Микроструктура стали марки 38ХМЮА после ИА с ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  
 $P=60$  Па,  $U=500$  В,  $t=20$  ч,  $h=5$  мм [181]

Большая концентрация азота на острых кромках деталей приводит к образованию твердой и хрупкой  $\varepsilon$ -фазы и при эксплуатации деталей при больших контактных нагрузках может происходить выкрашивание поверхности, а также появляться трещины с последующими изломами по границам зерен [181].

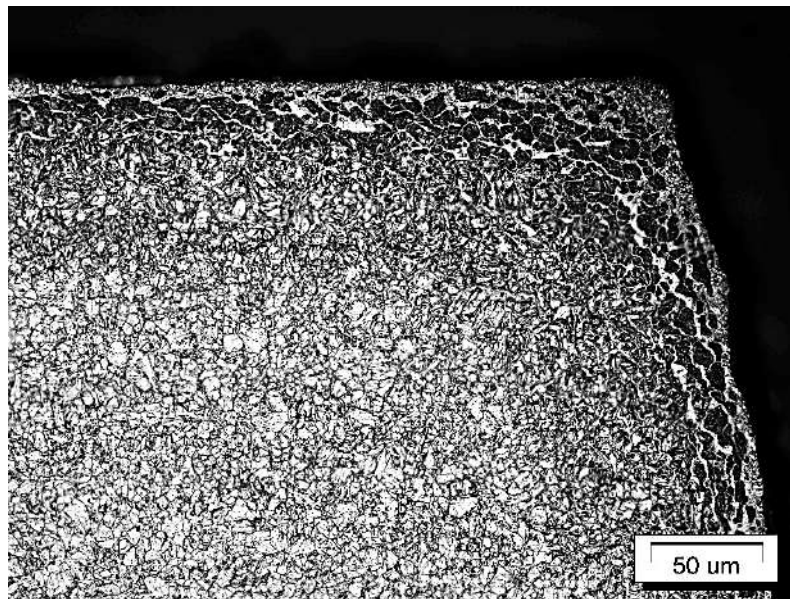
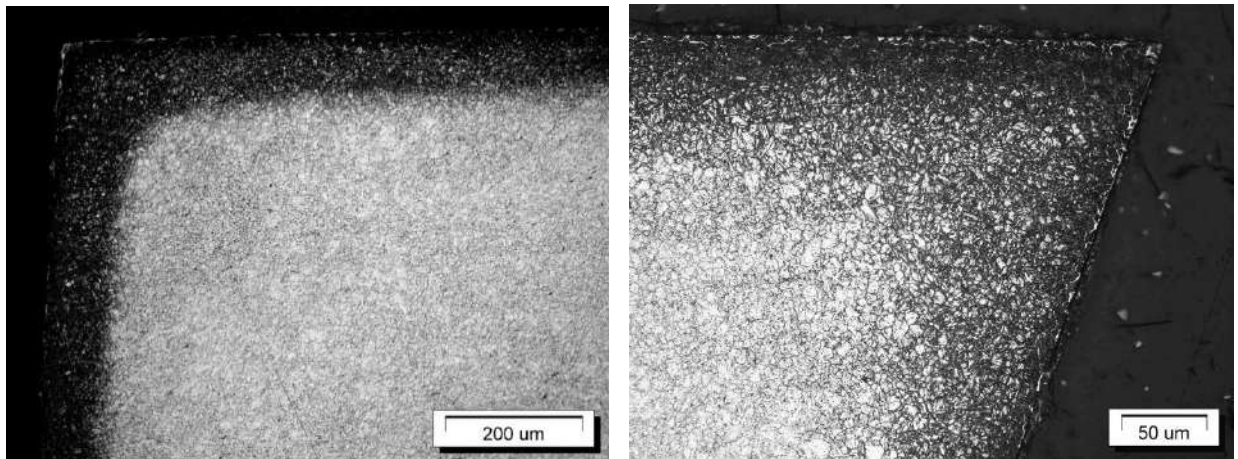


Рисунок 5.5 – Микроструктура стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш на кромке после ИА  
 без ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=200$  Па,  $U=500$  В,  $t=5$  ч [181]

При ИА с ПК подобных нитридных сеток не наблюдается (рисунок 5.7), вследствие активного распыления поверхности большими и тяжелыми ионами Ar, которое не дает росту и дальнейшему проникновению вглубь  $\varepsilon$ -фазы.



*a*

*б*

Рисунок 5.6 – Микроструктуры стали марки 16Х3НВФМБ-Ш на кромках образцов после ИА с ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В,  $h=5$  мм, при длительности обработки: *a* – 5 ч; *б* – 3 ч [181]

Поскольку температура нагрева детали при ИА ограничивается предшествующей ТО и, как правило, проводится по верхней допустимой границе, толщина упрочненного слоя в производственных масштабах регулируется в основном длительностью операции поверхностного насыщения. При разработке технологии ЛИА с ПК (при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В) с целью назначения приемлемых значений длительности обработки были проведены исследования по влиянию продолжительности обработки на толщину упрочненного слоя для исследуемых сталей (рисунки 5.7, 5.8).

Анализ полученных результатов (рисунки 5.7, 5.8) показал параболическую зависимость изменения скорости диффузионного насыщения. При этом структурно-фазовый состав упрочненного слоя сохраняется с расширением однофазных областей в зависимости от длительности азотирования и интенсивности диффузионных процессов в них [5, 6].

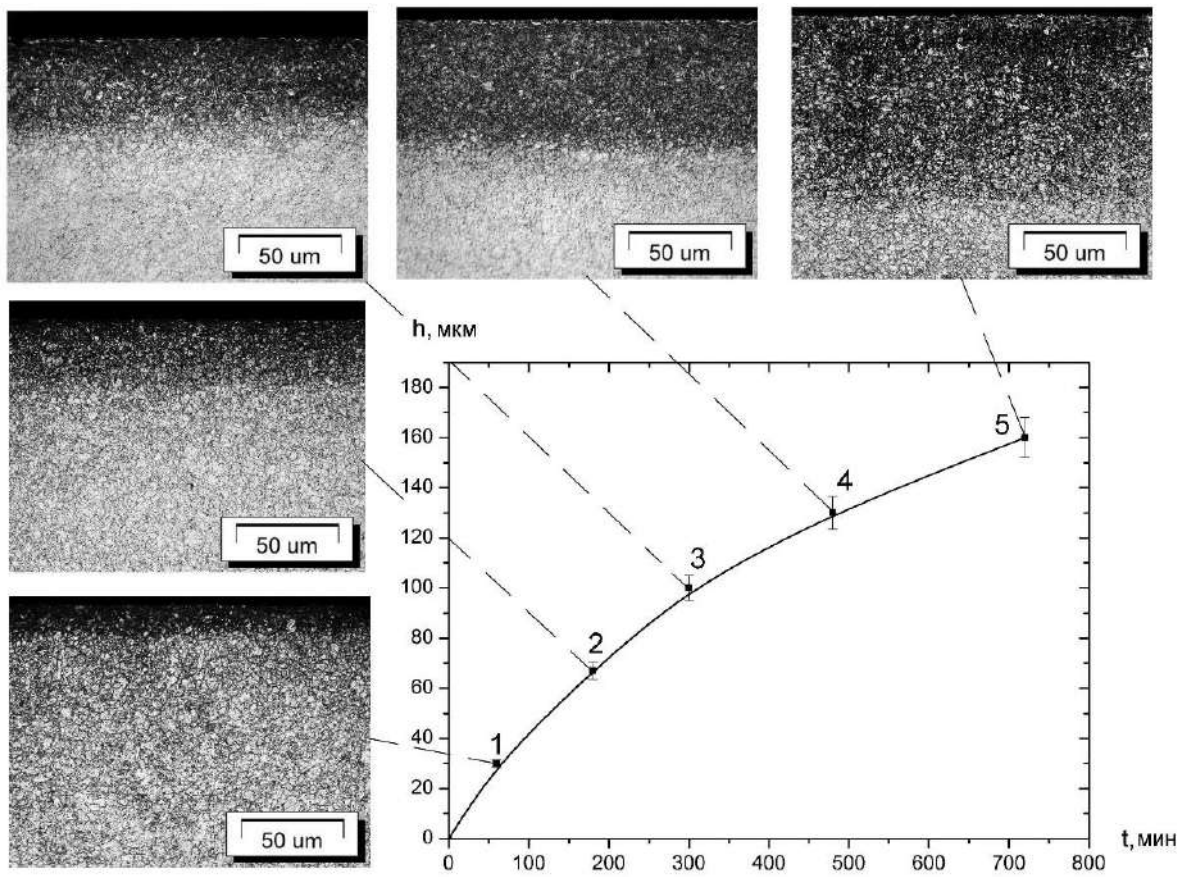


Рисунок 5.7 – Кинетика роста упрочненного слоя при ЛИА с ПК стали марки 16X3HBFMB-Ш [158]

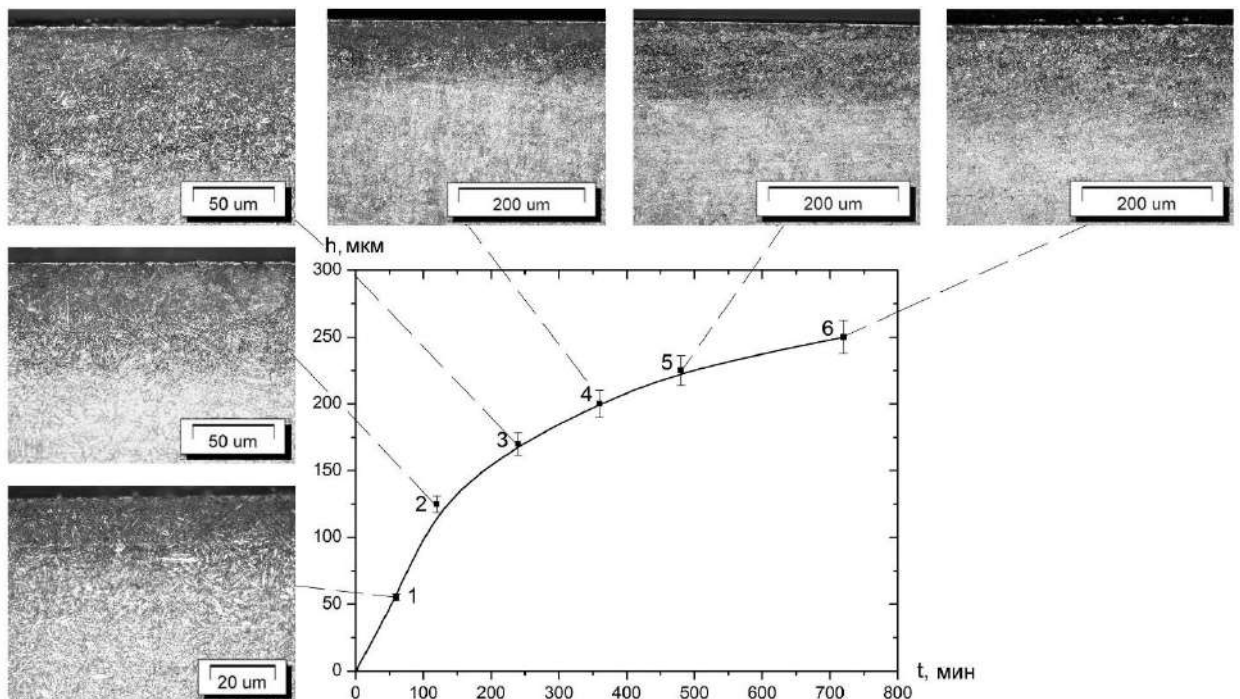


Рисунок 5.8 – Кинетика роста упрочненного слоя при ЛИА с ПК стали марки 38XMF0A [5]

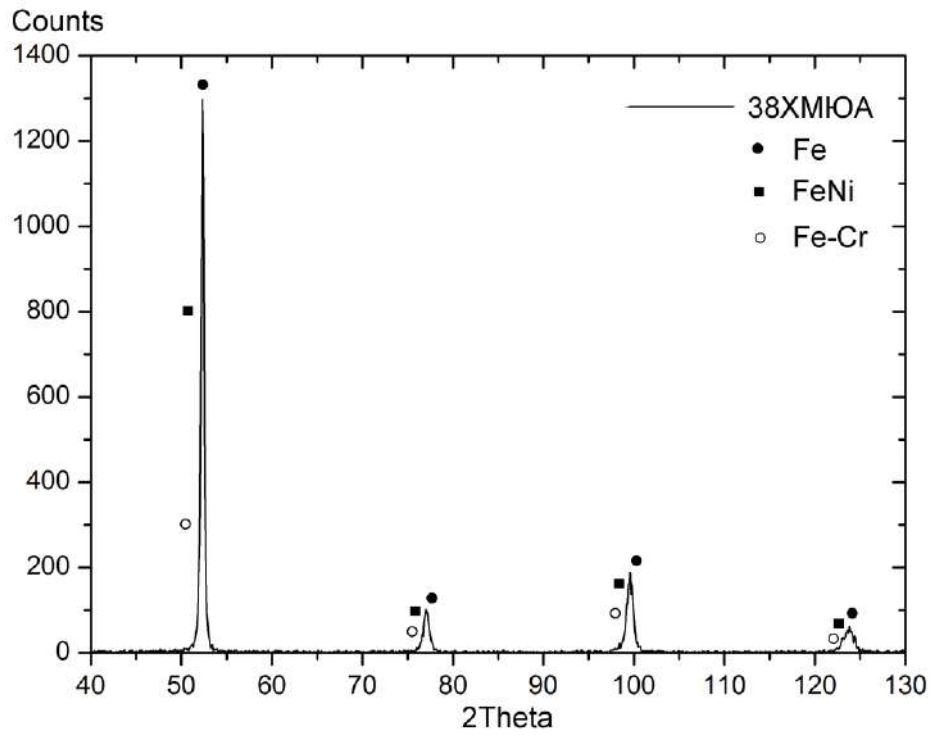
### 5.3 Исследование влияния локального ионного азотирования полым катодом на фазовый состав поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА

Известно, что при ИА легированных сталей могут образовываться однофазные послойные или многофазные диффузионные слои. При этом, легирующие элементы в сталях приводят к значительным искажениям кристаллической решетки, увеличивают твердость поверхности, уменьшают коэффициент диффузии азота и влияют на структурно-фазовый состав упрочненного слоя при ИА. Максимальная степень упрочнения достигается, как правило, при низких температурах ( $500^{\circ}\text{C}$ ) процесса ИА, вследствие упругого искажения матрицы азотированного слоя.

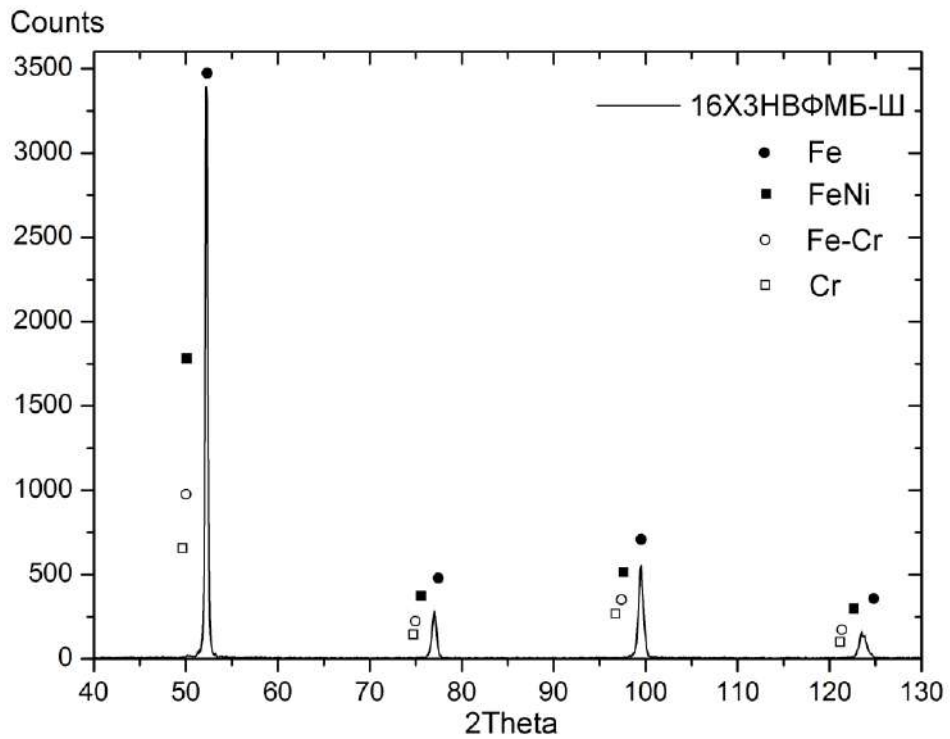
При эксплуатации деталей машин, работающих в условиях контактных нагрузок особое внимание уделяется свойствам поверхности, которые зависят от структурно-фазового состояния. Поэтому в диссертационной работе для исследования фазового состава поверхности образцов исследуемых сталей проводился рентгеноструктурный анализ.

На рисунке 5.9 приведены результаты рентгеноструктурного анализа поверхности образцов исследуемых сталей после ТО до азотирования.

На дифрактограмме (рисунок 5.9, а) поверхности стали марки 38ХМЮА после ТО обнаружены рефлексы  $Fe$ , твердых растворов  $Fe-Cr$  и  $Fe-Ni$ . У стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш (рисунок 5.9, б) обнаружены подобные, как и у стали марки 38ХМЮА рефлексы, отличающиеся величиной интенсивности, а также обнаружены рефлексы  $Cr$  [5, 6].



*a*

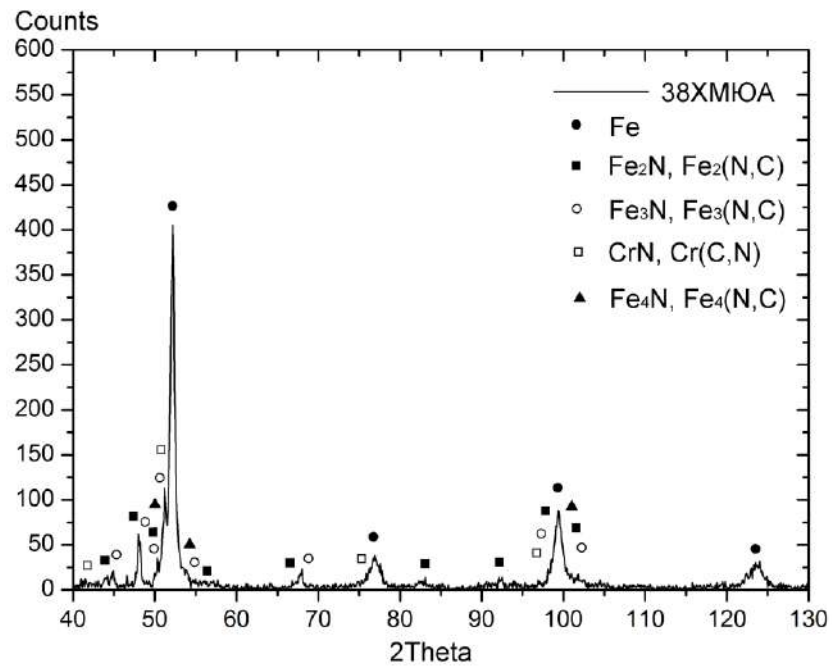


*б*

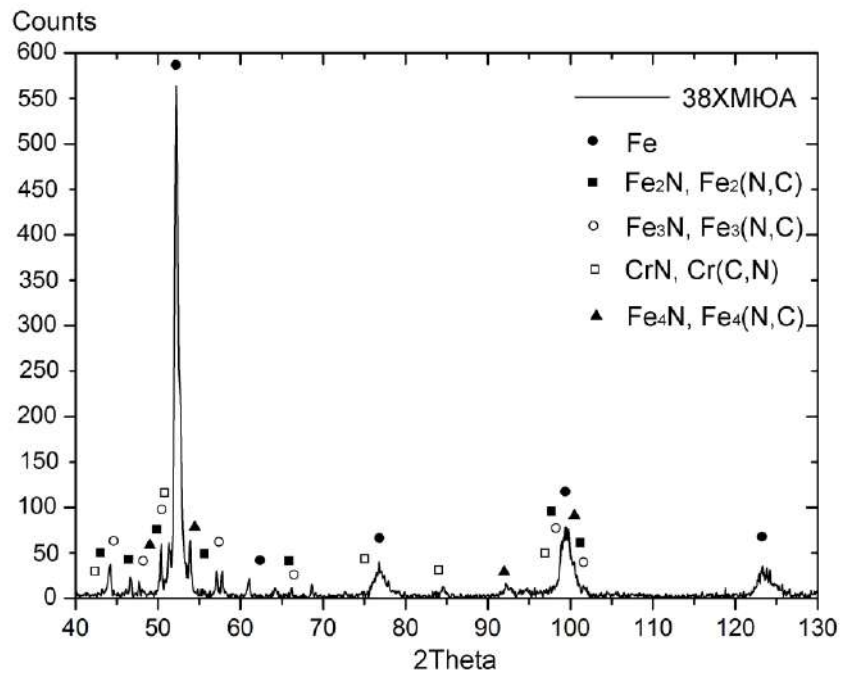
Рисунок 5.9 – Дифрактограммы с поверхности образцов после ТО: а – 38XMЮА;

б – 16X3НВФМБ-Ш [5, 6]

На рисунке 5.10 приведены результаты рентгеноструктурного анализа поверхности образца из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК.



*a*



*б*

Рисунок 5.10 – Дифрактограммы с поверхности образца из стали 38ХМЮА: *a* – ИА без ПК, *б* – ИА с ПК [5, 6]

Детальный анализ полученных рентгенограмм с поверхности образца из хромоалюминиевомолибденовой стали (рисунок 5.10, а) после ИА без ПК при температурах ниже эвтектоидной выявил рефлексы  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}(N)$ ,  $Fe_{2-3}(N, C)$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$ ,  $Fe_4(N, C)$ , а также фаз состоящих из нитридов и карбонитридов легирующего элемента хрома  $CrN$ ,  $Cr(C, N)$ . На поверхности образца из хромоалюминиевомолибденовой стали после ИА с ПК обнаружены такие же рефлексы фаз, отличающиеся большей величиной интенсивности, чем на участках ИА без ПК [5, 6].

Известно, что при ИА в модифицированном слое наводятся сжимающие остаточные напряжения. Остаточные напряжения возникают в результате образования твердого раствора внедрения и больших упругих искажений кристаллической решетки, а также при образовании нитридов в результате структурно-фазовых превращений и изменения удельных объемов структурных составляющих. Сжимающие остаточные напряжения благоприятно влияют на предел выносливости деталей, особенно имеющих концентраторы напряжений.

На рисунке 5.11 приведены результаты рентгеноструктурного анализа показаны дифрактограммы поверхности образца из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ЛИА с ПК.

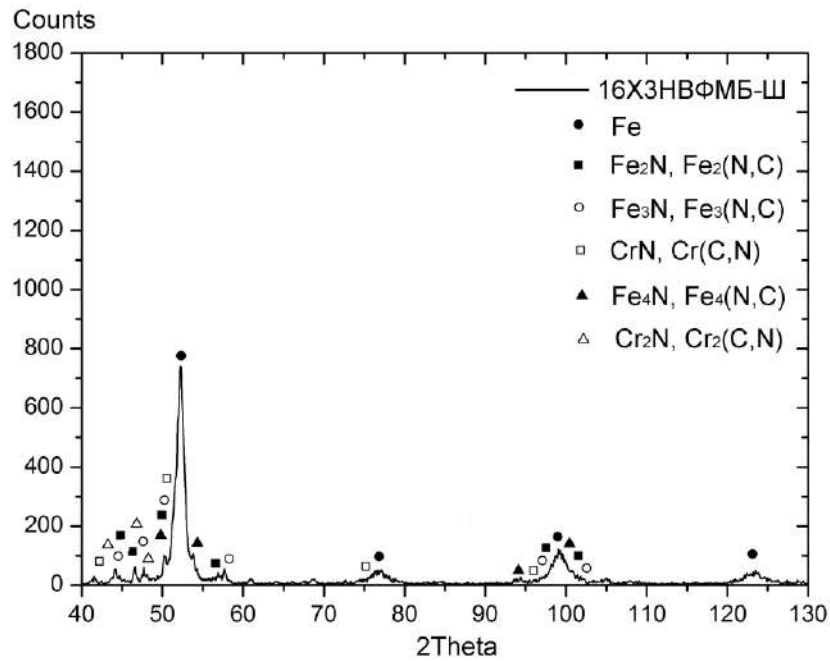
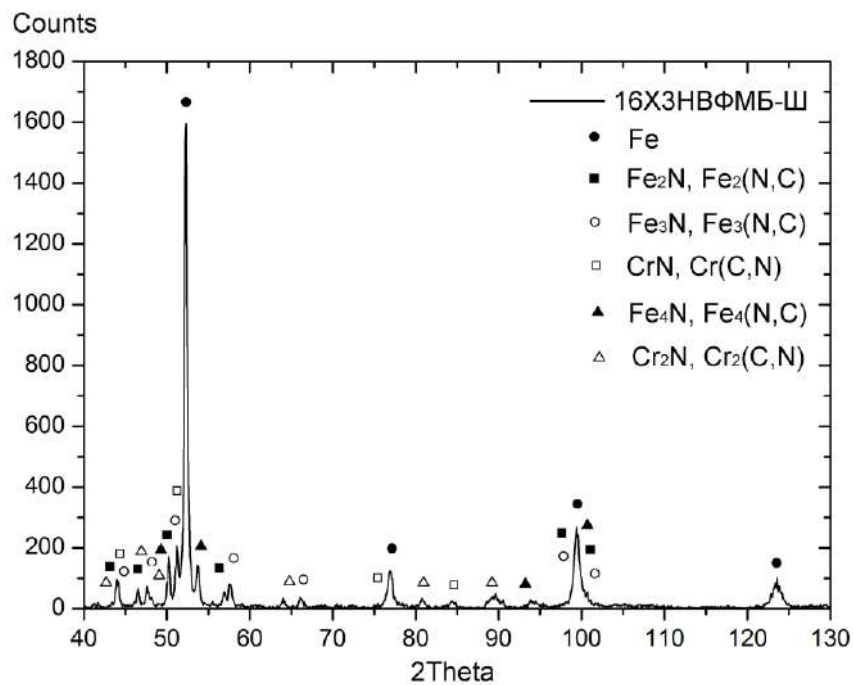
*a**б*

Рисунок 5.11 – Дифрактограмма с поверхности образца из стали марки 16X3NBΦMB-III: *a* – ИА без ПК, *б* – ИА с ПК [5, 6]

Детальный анализ полученных рентгенограмм с поверхности образца из стали марки 16X3NBΦMB-III (рисунок 5.11) показал наличие рефлексов  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}(N)$ ,  $Fe_{2-3}(N, C)$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$ ,  $Fe_4(N, C)$ , а также фазы состоящие из



нитридов и карбонитридов хрома ( $CrN$ ,  $Cr(N, C)$ ,  $Cr_2N$ ,  $Cr_2(N, C)$ ). При этом на участках ИА с ПК интенсивность линий  $\varepsilon$ -фазы,  $\gamma'$ -фазы, а также нитридов и карбонитридов хрома, выше, чем на участках ИА без ПК, что указывает на увеличение объемной доли данных фаз на поверхности стали [5, 6].

Образование карбонитридов при ЛИА с ПК связано с проведением процесса насыщения в многокомпонентной газовой среде с присутствием  $C_2H_2$ . При этом образование карбонитридов  $Fe_3(N, C)$  возможно только в условиях высокой науглероживающей способности, при которой  $\gamma'$ -фаза начинает растворять углерод. Образованные карбонитриды  $Fe_{2-3}(N, C)$  после ИА благоприятно влияют на эксплуатационные свойства поверхности, уменьшая ее хрупкость и увеличивая износостойкость, чем чистый цементит  $Fe_3C$  или нитриды  $Fe_{2-3}N$  [82].

#### 5.4 Исследование влияния локального ионного азотирования с полым катодом на микротвердость поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА

Измерения микротвердости исследуемых сталей до и после ЛИА с ПК проводили методом восстановленного отпечатка, широко применяемого для исследования тонких пленок, в том числе и диффузионных слоев, полученных различными методами ХТО.

Результаты замеров поверхностной микротвердости исследуемых материалов до и после ЛИА с ПК ( $T=550\pm 10^\circ C$ ,  $t=12$  ч,  $U=500$  В,  $I=0,8$  А,  $P=60$  Па) приведены в таблице 5.1.

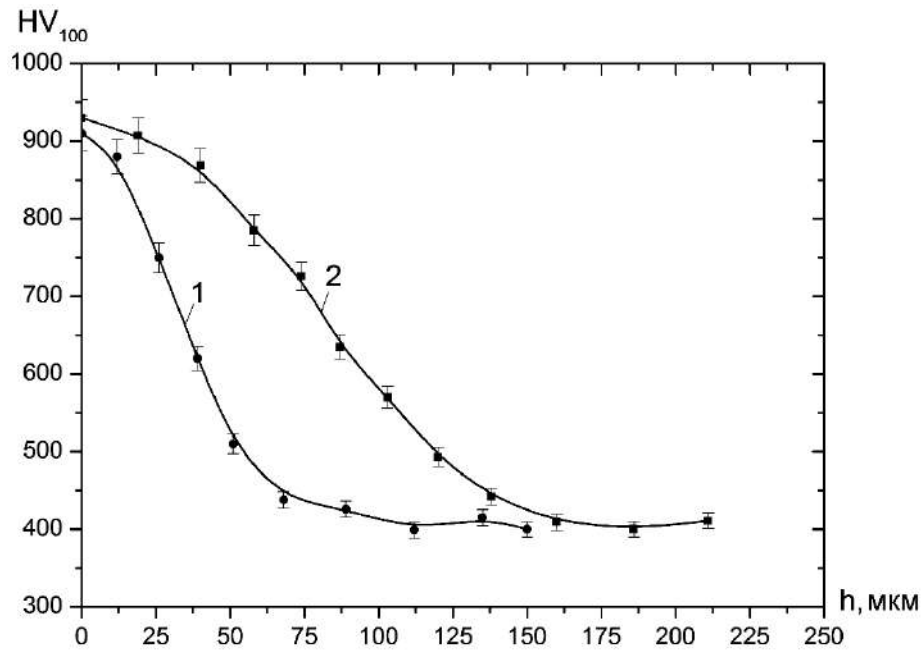
Таблица 5.1 – Поверхностная микротвердость образцов [181]

Исследуемые материалы	После ТО, $HV_{0,1}$	ИА без ПК, $HV_{0,1}$	ИА с ПК, $HV_{0,1}$
16ХЗНВФМБ-Ш	400±20	915±20	940±20
38ХМЮА	370±20	990±20	980±20

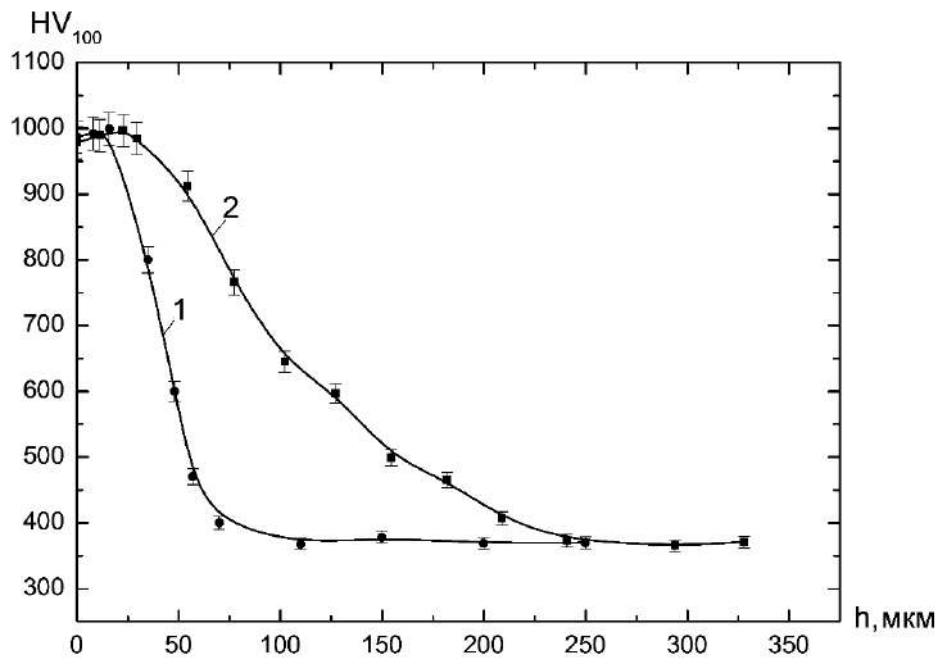
Анализ результатов измерения микротвердости (таблица 5.1) показал, что применение ПК при ИА незначительно повышает поверхностную микротвердость исследуемых сталей при температуре азотирования  $550^{\circ}\text{C}$  и продолжительности насыщения 12 часов [71, 72].

Такая высокая степень упрочнения достигается вследствие образования в поверхностном слое исследуемых материалов многофазной структуры, состоящей из  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}(N)$ ,  $Fe_{2-3}(N, C)$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$ ,  $Fe_4(N, C)$ , а также нитридов и карбонитридов ( $CrN$ ,  $Cr(N, C)$ ,  $Cr_2N$ ,  $Cr_2(N, C)$ ). Легирующие элементы и  $\gamma'$ -фаза при ИА резко повышают поверхностную твердость.  $\varepsilon$ -фаза, как правило, имеет меньшую твердость и высокую хрупкость, однако, вследствие ее очень малой толщины она не оказывает существенного влияния на значение твердости [71].

Оценка толщины азотированного слоя проводилась путем измерения микротвердости на поперечных шлифах упрочненных образцов после ЛИА с ПК. На рисунке 5.12 представлены распределения микротвердости по глубине диффузионного слоя после ЛИА с ПК для исследуемых сталей на участках I и II при длительности обработки  $t=12$  ч.



а



б

Рисунок 5.12 – Распределения микротвердости по толщине диффузионного слоя при ЛИА с ПК для сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш (а) и 38ХМОА (б) при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В,  $t=12$  ч: 1 – ИА без ПК, 2 – ИА с ПК [70, 187]

Анализ полученных зависимостей (рисунок 5.12) показал неодинаковость толщин упрочненного слоя на участках ИА с ПК и без при

ЛИА исследуемых сталей. Установлено, что на участке ИА с ПК толщина диффузионного слоя в 2-2,5 раза больше, по сравнению с участком, подверженного ИА без ПК. За «глубину азотирования» принималось расстояние от поверхности детали до точки, в которой твердость сердцевины превышала на 50 HV. Поэтому следует учитывать то, что толщина диффузионного слоя и глубина азотирования всегда будут отличаться, и толщина первого всегда намного больше второго [69, 70].

Так при ЛИА с ПК при температуре процесса  $T=550^{\circ}\text{C}$  и продолжительности насыщения  $t=12$  ч толщина упрочненного слоя на участках ИА с ПК для мартенситостареющей стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш составляет 140 мкм, а для стали марки 38ХМЮА – 240 мкм [70].

Высокая легированность исследуемых сталей придает азотированному слою высокую твердость, которая зависит от степени дисперсности выделяющихся нитридов. Наибольшую степень упрочнения материалу придает *Al*, несколько меньшую – *V*, *Mo* и *Cr*, которые искажают кристаллическую решетку и затрудняют пластическую деформацию. В исследуемых сталях основным легирующим элементом является *Cr*, так, у стали марки 38ХМЮА его содержание составляет 1,35-1,65%, а у стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш – 2,6-3%. Хром, образуя нитриды, повышает плотность дислокаций, в результате начинает превалировать механизм диффузии азота по объему зерен. Это приводит к росту микротвердости и уменьшению скорости диффузионного насыщения в результате образования нитридов. Поэтому у стали марки 38ХМЮА за одно и то же время толщина диффузионного слоя больше, чем у стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш. Присутствие *Cr* увеличивает прокаливаемость, а также повышает прочность и поверхностную твердость стали [69, 70, 187].

На рисунках 5.13-5.14 приведены зависимости распределения микротвердости по толщине диффузионного слоя при различной продолжительности ИА с ПК ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $U=500$  В) для исследуемых сталей.

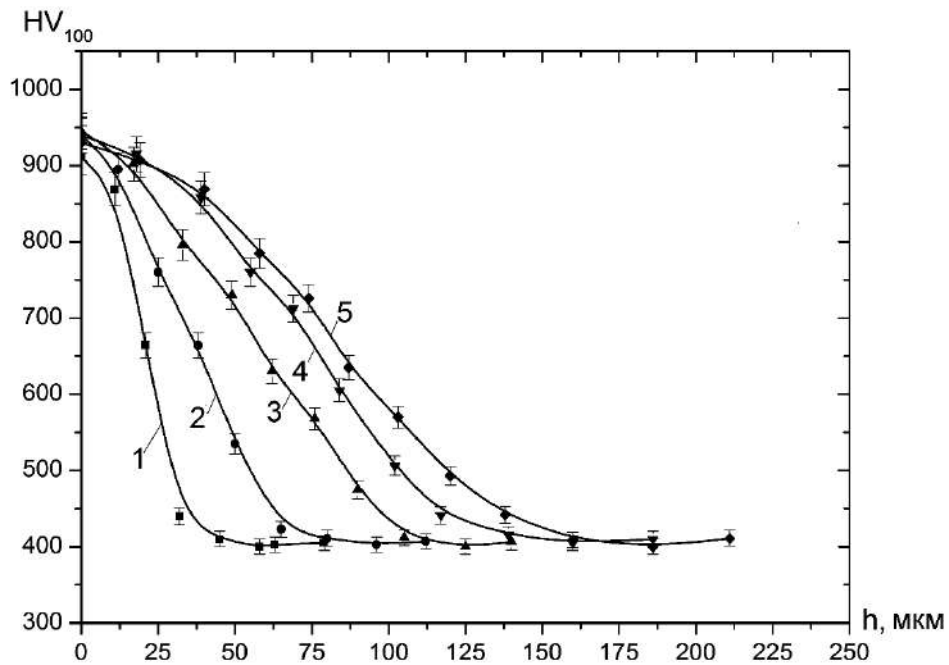


Рисунок 5.13 – Распределения микротвердости по толщине диффузионного слоя при ЛИА с ПК стали марки 16Х3НВФМБ-Ш: 1 – 1 ч, 2 – 3 ч, 3 – 5 ч, 4 – 8 ч, 5 – 12 ч [70]

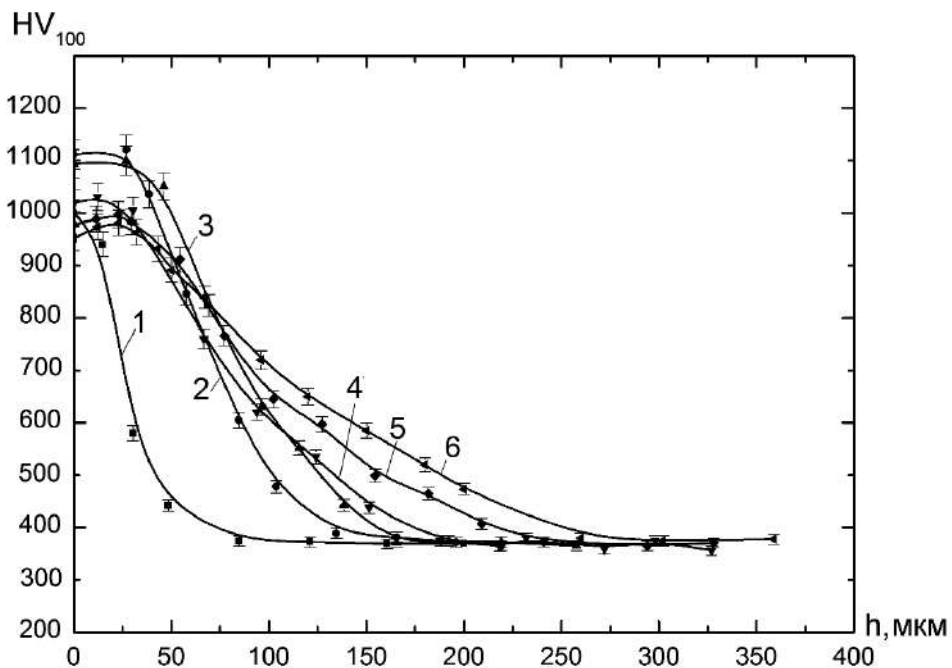


Рисунок 5.14 – Распределения микротвердости по толщине диффузионного слоя при ЛИА с ПК стали марки 38ХМЮА: 1 – 1 ч, 2 – 2 ч, 3 – 4 ч, 4 – 6 ч, 5 – 8 ч, 6 – 12 ч [187]

Анализ измерений микротвердости (рисунки 5.13-5.14) показал, что с увеличением продолжительности процесса ЛИА с ПК возрастает толщина упрочненного слоя у исследуемых сталей, при этом распределение

микротвердости от поверхности к основе становится более плавным, без резких переходов к сердцевине. Следует отметить, что у стали марки 38ХМЮА с увеличением продолжительности ИА максимальные значения микротвердости фиксируются на расстоянии 20-60 мкм от поверхности. Это связано со скоплением в приповерхностной зоне слоя высокоазотистых фаз  $\epsilon$ ,  $\gamma'$  проникающих с поверхности вглубь материала [69].

Установлено, что подобранные температурные режимы ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ) ЛИА с ПК не влияют на исходную микротвердость образцов.

Поскольку сталь марки 38ХМЮА из-за высокого содержания  $Al$  склонна к охрупчиванию азотированного слоя после ЛИА с ПК при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=60$  Па,  $t=12$  ч была проведена оценка хрупкости (рисунки 5.15, 5.16) модифицированного слоя по методике, разработанной ВИАМ.

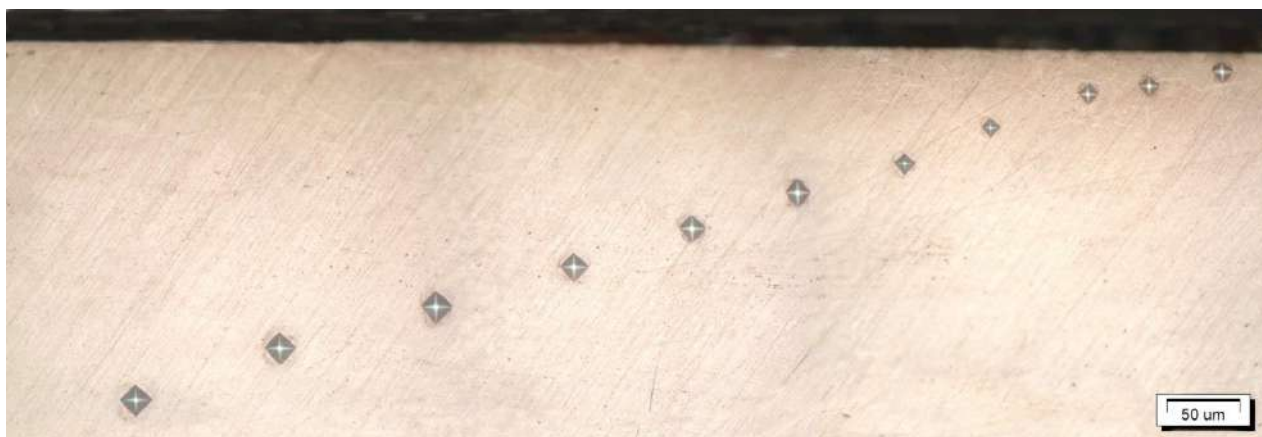


Рисунок 5.15 – Отпечатки индентора на поперечном шлифе образца из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК [181]

Согласно методике, приведенной в Главе 2, по виду отпечатка индентора можно оценить хрупкость упрочненного слоя (рисунок 5.16).

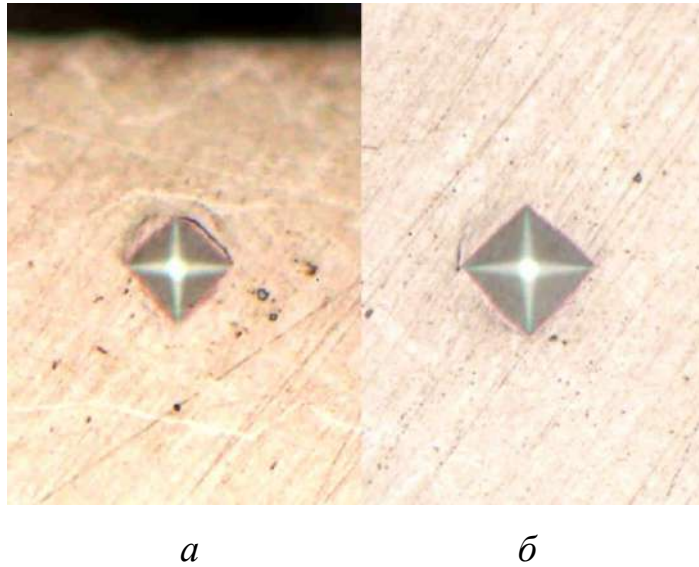


Рисунок 5.16 – Отпечатки индентора на поперечном шлифе образца из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК: а – расстояние от поверхности 25 мкм; б – сердцевина [181]

Анализ отпечатков индентора на поперечном шлифе образца показал, что отпечаток индентора, сделанный на расстоянии 25 мкм от поверхности, согласно шкале хрупкости, разработанного в ВИАМ, можно отнести ко II-ой группе – «слегка хрупкий», а отпечаток, сделанный в сердцевине материала – к I-ой группе – «нехрупкий». В обоих случаях приведенные выше отпечатки соответствуют работоспособным пластичным диффузионным слоям и допустимы для деталей авиационной техники, работающих в условиях интенсивного износа [181].

## **5.5 Исследование влияния локального ионного азотирования с полым катодом на износостойкость поверхностных слоев конструкционных сталей марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА**

Одной из главных задач процесса ИА деталей машин и механизмов является повышение их эксплуатационных свойств, в частности – износостойкости, поскольку от этого зависит на сколько быстро выйдет из строя узел. Известно, что при фрикционном контакте одновременно протекает множество процессов, которые зависят от свойств и химического состава контактирующего материала, промежуточной среды, нагрузки, скорости и температуры в зоне контакта и др. Все это влияет на механизм и вид изнашивания. Следует отметить, что в реальных условиях работы деталей машин всегда одновременно присутствуют несколько видов изнашивания. Как правило, при анализе процесса изнашивания трущихся тел выделяют ведущий вид изнашивания.

С целью оценки эффективности предлагаемой технологии упрочнения методом ЛИА с ПК, определения трибологических характеристик исследуемых материалов в диссертационной работе были проведены триботехнические испытания на высокоскоростном трибометре Nanovea. Выбор метода и назначение режимов триботехнических испытаний проводят исходя из условий эксплуатации пар трения, действующих нагрузок, скорости, температуры, условия смазки, наличия абразивной среды. Однако в некоторых случаях, с целью экспресс анализа, режимы испытаний допускается форсировать путем ужесточения внешнего воздействия.

Триботехнические испытания в работе проводились по схеме полусфера по диску в режиме сухого трения при комнатной температуре. В качестве полусферы использовался шарик диаметром 3 мм из конструкционной подшипниковой стали ШХ15 с твердостью 60-62 HRC. Величина нормальной нагрузки, приложенной на контртело, составила 4 Н при радиусе вращения образца 2,5 мм и частотой оборотов 500 об/мин [69].



Триботехнические испытания проводились, а их результаты сравнивались по трем образцам для каждой из исследуемых сталей: №1 – после ТО, №2 – после ИА без ПК (зона II), №3 – после ИА с ПК (зона I).

После испытаний образцы и их контртела подвергались высокоточному взвешиванию, а также их детальному изучению. Пример такого образца из стали марки 38ХМЮА после ТО показан на рисунке 5.17.



Рисунок 5.17 – Фотография образца после триботехнических испытаний из стали марки 38ХМЮА после ТО [181]

На рисунке 5.18 представлен увеличенный снимок трека износа после триботехнических испытаний образца из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ТО.

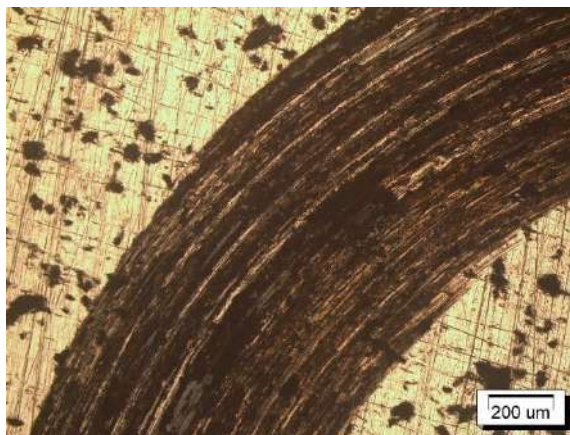


Рисунок 5.18 – Увеличенный снимок трека износа образца из стали 16ХЗНВФМБ-Ш после ТО [181]

По результатам испытаний получены графики изменения коэффициента трения  $K_{тр}$  в зависимости от длительности испытаний для исследуемых сталей после ТО (рисунок 5.19).

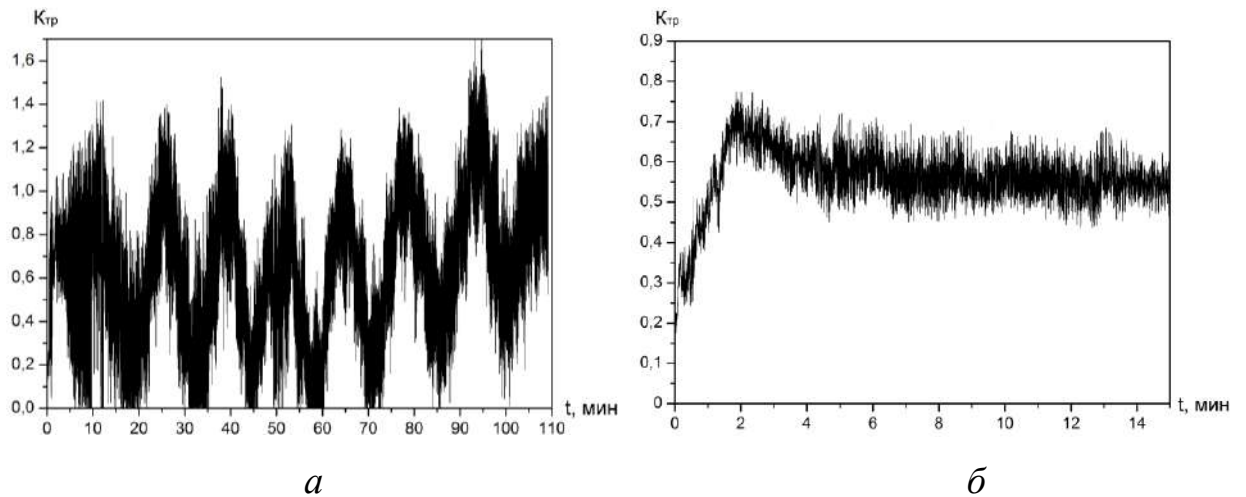


Рисунок 5.19 – Изменение  $K_{тр}$  от длительности испытаний образцов после ТО:  
*а* – 38ХМЮА, *б* – 16ХЗНВФМБ-Ц [69, 181]

С целью определения количества удаленного материала в процессе испытания путем расчета среднего значения площади дорожки износа, а также оценки характера и формы трека износа в поперечном сечении методом профилографирования были получены профилограммы поверхности (рисунок 5.20) после испытания на износ образцов из исследуемых сталей после ТО.

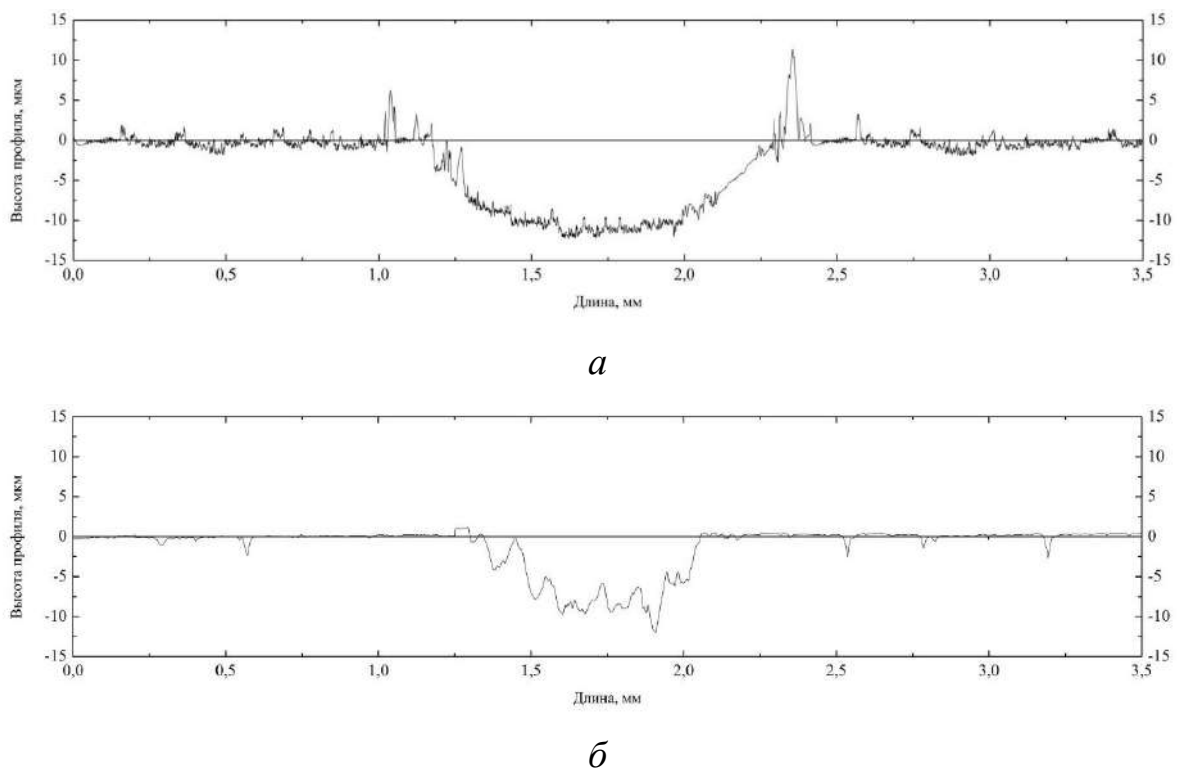


Рисунок 5.20 – Профилограмма поверхности дорожки износа образцов после ТО:  
*а* – 38ХМЮА, *б* – 16ХЗНВФМБ-Ц [69, 181]

Исследования показали, что преобладающим механизмом изнашивания у образца из стали марки 38ХМЮА (рисунок 5.17) после ТО, как и у стали марки 16Х3НВФМБ-Ш является абразивное изнашивание. Схема силового взаимодействия – контакт с абразивными частицами. При изнашивании такими абразивными частицами являются твердые и крупные карбиды как основного металла, так и легирующих элементов испытуемого материала, а также оксиды, всегда присутствующие на поверхности материала. Условием протекания абразивного изнашивания является превышение твердости абразива над твердостью испытуемого материала. В таком случае, абразивная частица, внедрившись в металл и совершая поступательное перемещение, разрушает поверхностный слой вследствие деформирования, микрорезания, упругого оттеснения и т.д. Вид разрушения зависит от свойств материала, и для стали марки 16Х3НВФМБ-Ш после ТО изнашивание происходит в основном за счет микрорезания трущихся поверхностей и на микрофотографиях это наблюдается в виде характерных следов (микрорезов). У стали марки 38ХМЮА изнашивание происходит в том числе за счет пластического оттеснения материала, которое подтверждается характерными канавками и наплывами на поверхности износа. Вследствие нестационарных процессов на графике (рисунок 5.19) наблюдается скачкообразное изменение  $K_{тр}$  [69, 181].

Анализ профилограмм поверхности треков износа (рисунок 5.20) показал, что у образца из стали марки 38ХМЮА максимальная глубина трека износа составила ~ 10 мкм, ширина трека ~ 1,2 мм, а у образца из стали марки 16Х3НВФМБ-Ш максимальная глубина трека износа составила ~ 8 мкм, ширина ~ 0,9 мм [69, 181].

На рисунке 5.21 представлены снимки треков износа образцов из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК.

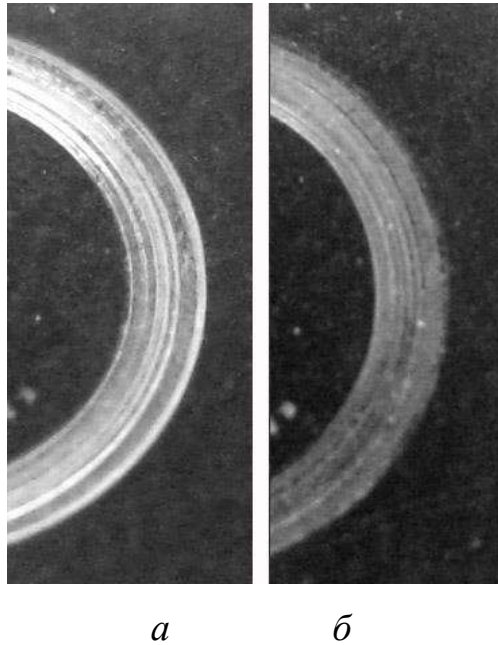


Рисунок 5.21 – Фотографии треков износа образцов из стали марки 38ХМЮА:  
*а* – ИА без ПК, образец № 2; *б* – ИА с ПК, образец №3 [181]

Анализ фотографий треков износа (рисунок 5.21) показал, что основным механизмом изнашивания образцов после обработки является абразивное изнашивание со следами микрорезания трущихся поверхностей. Появление следов микрорезания связано с формированием на поверхности материала тонкого слоя нитридов, а также выделением крупных нитридов железа по границам зерен, которые становятся источником твердых абразивных частиц [69].

На рисунках 5.22-5.23 приведены графики изменения  $K_{тр}$  в зависимости от длительности испытаний и профилограммы поверхностей дорожек износа из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК.

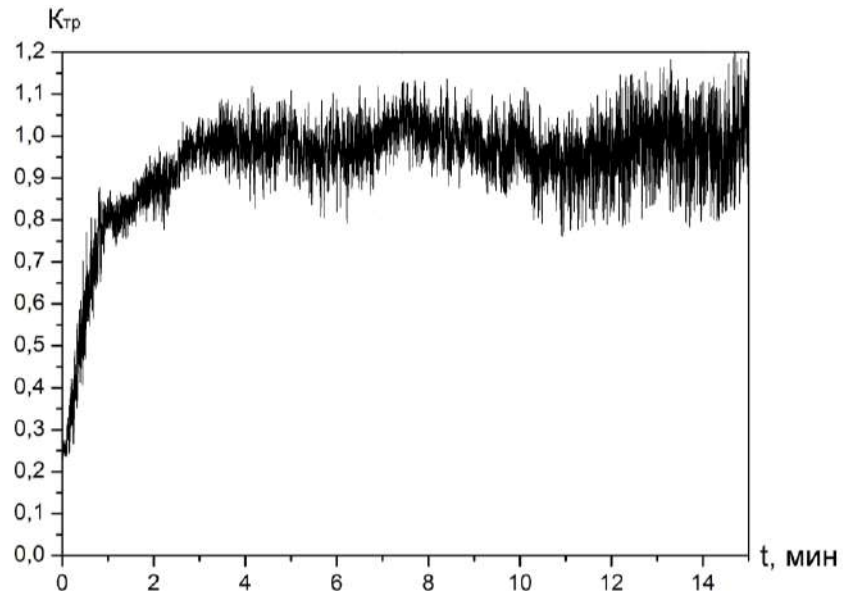
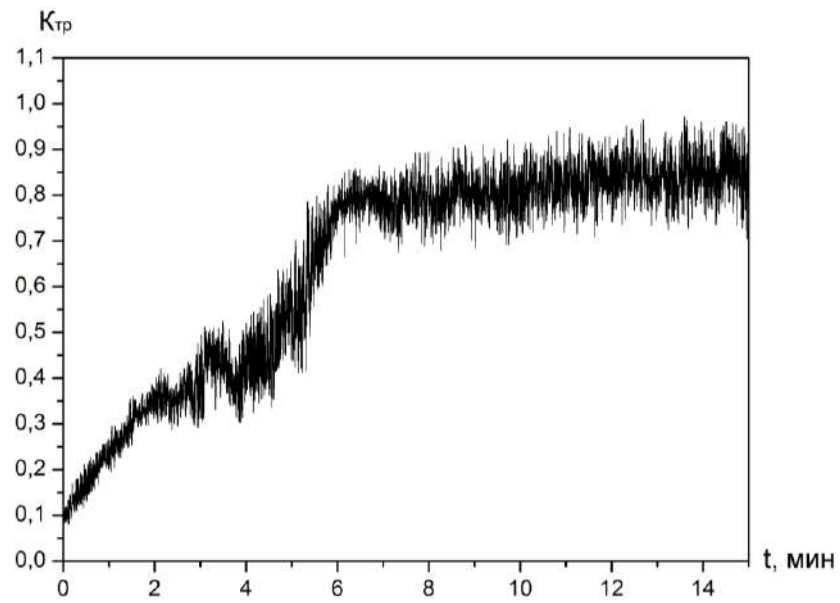
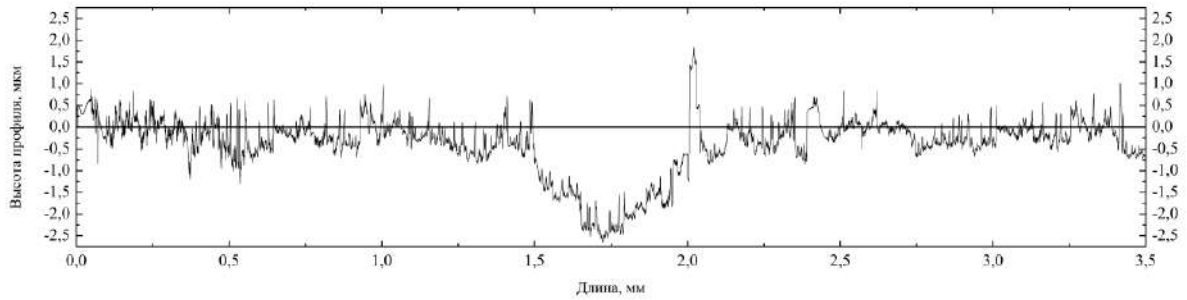
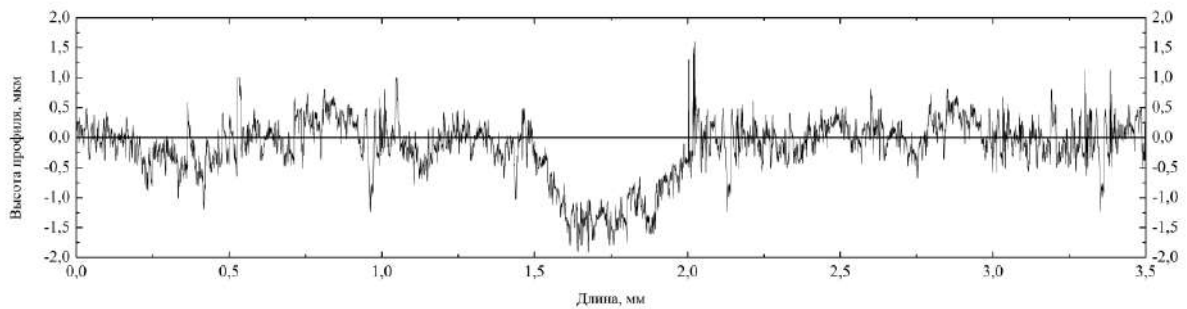
*a**б*

Рисунок 5.22 – Изменение  $K_{тр}$  от длительности испытаний образцов из стали марки 38ХМЮА: а - ИА без ПК, образец №2; б – ИА с ПК, образец №3 [69]



а



б

Рисунок 5.23 – Профилограмма поверхности дорожки износа образцов из стали марки 38ХМЮА: а – ИА без ПК, образец №2, б – ИА с ПК, образец №3 [69]

Из литературных данных известно [78, 79], что процесс изнашивания трущихся поверхностей проходит в три стадии. На I стадии приработки могут наблюдаться резкие перепады  $K_{тр}$ , вследствие нестабильности процесса. Обычно, I стадия сменяется следующей стадией за довольно короткое время. В результате приработки на поверхности трущихся материалов образуется равновесные для системы шероховатости и структуры.

Анализ результатов триботехнических испытаний (рисунки 5.22) показал, что для образца №2 стадия приработки составляет ~3 мин, в то время как для образца №3 стадия приработки составляет ~ 6 мин. Увеличение длительности приработки на образцах после ИА с ПК связано с формированием на поверхности материала высокоазотистых фаз и, как следствие, повышение прочности. Следующая стадия является наиболее продолжительной и стабильной, она характеризуется постоянным и

незначительным износом и неизменным  $K_{тр}$ . Среднее значение  $K_{тр}$  на участках ИА без ПК составил  $\sim 1,0$ , а на участках ИА с ПК –  $\sim 0,8$  [69].

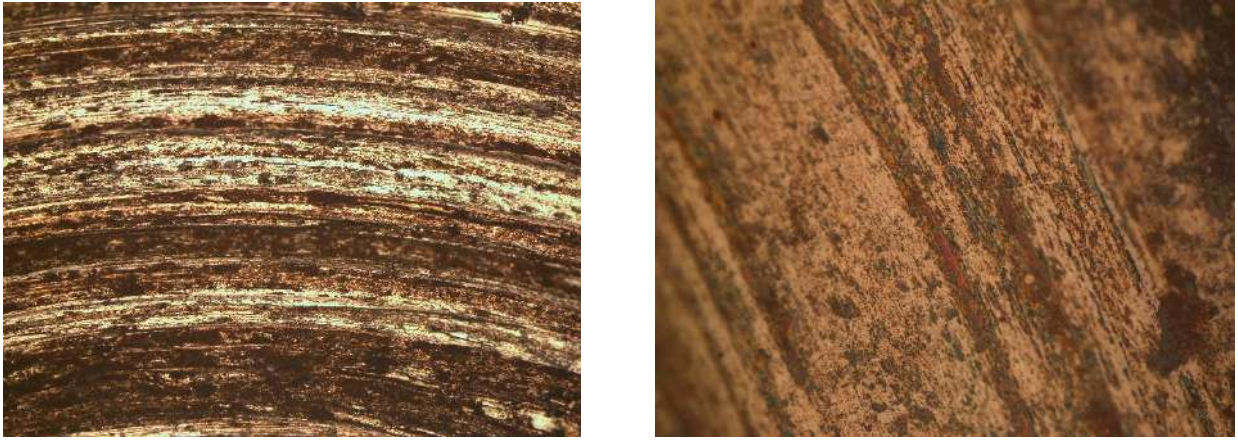
При изнашивании образцов после ИА источниками абразива являются мелкодисперсные нитриды и карбиды как основного металла, так и легирующих элементов. По шкале Мооса абразивные частицы в виде нитридов обладают высокой твердостью, соответствуют значению 8. На механизм износа влияют размеры и твердость абразивных частиц. Условием абразивного изнашивания является превышение твердости абразива над твердостью испытуемого материала. Прочность абразивных частиц с уменьшением их размеров возрастает. С увеличением твердости абразива возрастает интенсивность изнашивания материала. Следует отметить, что после ИА повышается прочность азотированного слоя и способность упрочненной поверхности противостоять внешнему воздействию (когезия).

Далее, после этапа нормального износа следует стадия катастрофического износа, при которой происходит резкое увеличение значения коэффициента трения, однако при данных условиях трибологических испытаний она не наступила для всех исследуемых образцов после модифицирования поверхности. Исследование профилограмм поверхности образцов (рисунки 5.20, 5.23) показало, что максимальная глубина трека износа у образца №2 составила  $\sim 2,5$  мкм, а у образца №3 составила  $\sim 1,5$  мкм [181].

На рисунке 5.24 приведены увеличенные снимки треков износа образцов из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ионного азотирования с ЭПК и без.

Анализ фотографий треков износа (рисунок 5.24) показал, что основным механизмом изнашивания образцов после обработки является абразивное изнашивание со следами микрорезания трущихся поверхностей.





а

б

Рисунок 5.24 – Увеличенные снимки треков износа образцов из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш: а – образец № 2, б – образец №3 [181]

На рисунке 5.25 представлена гистограмма относительного износа поверхности образцов в зависимости от метода обработки.



Рисунок 5.25 – Сравнительная износостойкость поверхности образцов в зависимости от метода обработки: а – ТО, б – ИА без ПК, в – ИА с ПК [181]



Анализ приведенной на рисунке 5.25 гистограммы показывает, что ИА с ПК заметно повышает износостойкость исследуемых конструкционных сталей, вследствие формирования нитридного слоя состоящего из нитридов основного металла  $Fe_4N$ , но и образованием в нем нитрида хрома  $CrN$ , который значительно повышает износостойкость сталей [82]. Так, ИА с ПК ведет к повышению износостойкости поверхности конструкционных сталей марки 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш в 1,6-1,7 раза по сравнению с традиционным ионным азотированием, и в 12-14 раз – по сравнению с исходным состоянием [69, 181].

### Выводы по главе 5

1. Разработан способ ЛИА с ПК, позволяющий интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза на локальных участках деталей путем создания повышенного градиента концентрации диффундирующего элемента на отдельных поверхностях деталей путем дополнительной ионизации газовой среды в полости технологического экрана.
2. Установлено, что при ЛИА с ПК на поверхности материала образуются две зоны, отличающиеся толщиной упрочненного слоя, так на участке ИА с ПК толщина азотированного слоя в 2-2,5 раза больше, чем на участке ИА без ПК при температуре подложки  $550^{\circ}\text{C}$  и длительности упрочнения 12 ч.
3. Установлено, что ИА с ПК при температуре  $550^{\circ}\text{C}$  и длительности обработки 12 ч ведет к повышению износостойкости поверхности конструкционных сталей марок 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш в 1,6-1,7 раза по сравнению с ИА без ПК, и в 12-14 раз – по сравнению с исходным состоянием. Установлено, что применение ПК при ИА не влияет на механизм изнашивания.
4. Установлено, что повышение износостойкости у исследуемых сталей после ИА с ПК достигается за счет формирования в поверхностном слое исследуемых материалов многофазной

структуры, состоящей из  $\varepsilon$ -фазы  $Fe_{2-3}(N)$ ,  $Fe_{2-3}(N, C)$ ,  $\gamma'$ -фазы  $Fe_4N$ ,  $Fe_4(N, C)$ , а также нитридов и карбонитридов ( $CrN$ ,  $Cr(N, C)$ ,  $Cr_2N$ ,  $Cr_2(N, C)$ ), отличающихся большей величиной объемной доли данных фаз.

5. Установлено, что применение ПК при ИА позволяет избежать образования на острых кромках деталей грубой нитридной сетки вследствие активного распыления поверхности материала ионами  $Ar$ .
6. Установлены зависимости влияния длительности процесса ИА с ПК при температуре обработки  $550^\circ C$  на толщину упрочненного слоя для сталей марок 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш.

## **6. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ СТАЛИ МАРКИ Р6М5 ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ**

В машиностроении эффективность, долговечность и надежность металлообрабатывающего инструмента в значительной мере определяется комплексом объемных и поверхностных свойств используемых материалов, поэтому изменение структурно-фазового состава поверхности инструмента может значительно улучшить физико-механические и эксплуатационные свойства при минимальных затратах [33, 47, 73, 160, 179].

Падающий интерес к применению инструментов из быстрорежущей стали для обработки металлов давлением и резанием прежде всего связан с низкими механическими и эксплуатационными свойствами, а также неоднородностью состава материала по сравнению с импортными аналогами. Структурная неоднородность материала в первую очередь связана с особенностями получения заготовок из быстрорежущей стали методом прокатки, в результате которой вдоль оси деформации появляется строчечность и неоднородность карбидов. Однако метод экономически оправдан в условиях массового производства инструментов. В настоящее время научный интерес вызывают различные методы интенсивной пластической деформации, которые позволяют повысить эксплуатационные свойства материала, их структурную однородность в условиях единичного и мелкосерийного производства [19, 38].

Особенностями работы штампового инструмента является то, что максимальную контактную нагрузку воспринимают и интенсивному износу подвергаются тонкие поверхностные слои, прилегающие к рабочим кромкам. Поэтому при разработке технологии упрочнения штампового инструмента более целесообразно применять в качестве основы изделия менее дорогие материалы с последующим изменением структуры материала методами пластической деформации и последующей локальной упрочняющей обработки, позволяющей формировать градиентную структуру с гибким изменением физико-механических свойств материала на различных участках инструмента.

## **6.1 Исследование особенностей структурного состояния стали марки Р6М5 после интенсивной пластической деформации и последующей термической обработки**

Исследования процесса ЛИА с МП в диссертационной работе проводили на быстрорежущей стали марки Р6М5, применяемой для обработки цветных сплавов, чугунов, углеродистых и легированных сталей. Сталь марки Р6М5, обладая высокой технологичностью и относительно высокими показателями прочности и теплостойкости, заменила такие быстрорежущие стали марок, как Р18, Р12 и Р9 [19].

На сегодняшний день для получения прутковых заготовок из стали марки Р6М5 широко применяется горячая термомеханическая обработка литых заготовок с последующей ТО. Другой, менее известный метод порошкового спекания с последующей термомеханической обработкой является более затратным и трудоемким способом, несмотря на получаемую более однородную по химическому составу структуру [179].

Образец из стали марки Р6М5, полученный методом горячей термообработки, был подвергнут ТО, заключающейся в нагреве до 1220°C (для полного растворения в аустените карбидов  $M_6C$ ) и последующего многоступенчатого 3-х кратного отпуска при 560°C с выдержкой в течение 10 минут для уменьшения количества остаточного аустенита (обычное содержание которого в материале составляет 29-34%), повышение содержания которого в материале ведет к снижению твердости стали. Твердость материала после ТО составила 63...65 HRC. Структура стали марки Р6М5 после ТО представлена на рисунке 6.1.

Анализ снимков структуры стали марки Р6М5 (рисунок 6.1), полученных методом растровой электронной микроскопии, показал наличие неоднородной структуры выраженной карбидной строчечностью и полосчатостью в направлении оси деформации при получении заготовки горячей термомеханической обработкой. Подобное распределение карбидных

фаз (более интенсивно в центре и менее – по периферии) приводит к анизотропии свойств материала, влияющей на эксплуатационные свойства инструмента (теплостойкость, износостойкость) [38].

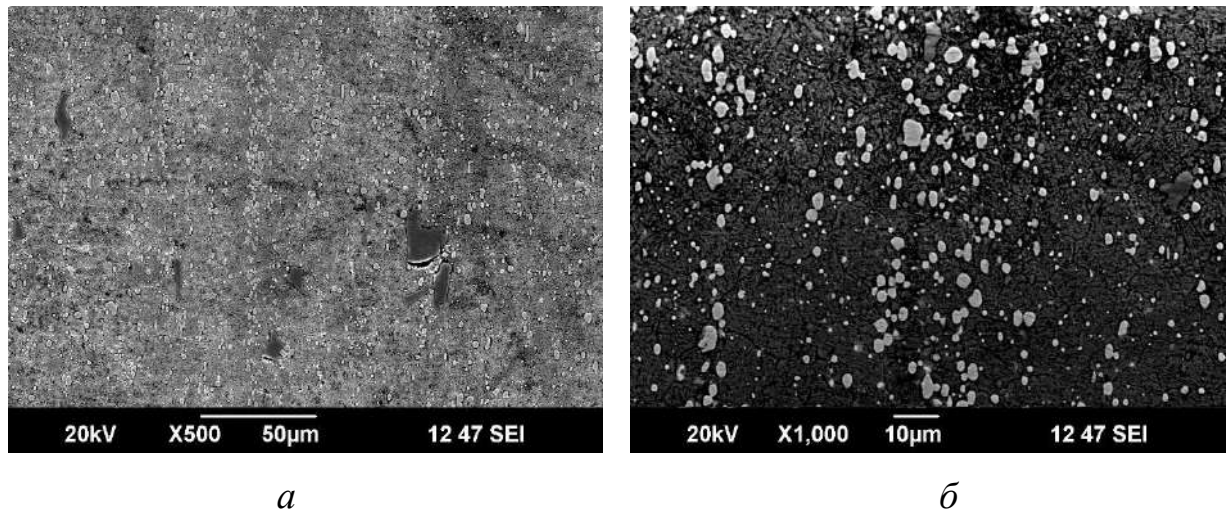


Рисунок 6.1 – Структура стали марки P6M5 после ТО (заковки с 1220°C и 3-х кратного отпуска 560°C): а – x500, б – x1000 [38]

Также структурная неоднородность материала, вызванная особенностями получения прутка методом прокатки, может отрицательно влиять на процессы усталостного выкрашивания инструмента при выполнении различных технологических операций: вырубка, пробивка, редуцирование и выдавливание, для которых характерно в процессе работы адгезионное схватывание. Благодаря наличию карбидов в материале обеспечивается высокая износостойкость инструмента, однако скопление крупных карбидов приводит к образованию дефектной зоны и трещины на границе «карбид-матрица» [38].

В последние годы в научной литературе приводятся результаты о положительном влиянии различных методов интенсивной пластической деформации (ИПД) на структурную однородность, однородность химического состава, физико-механические и эксплуатационные свойства материалов [76, 100]. Также известны результаты исследований, когда предварительная ИПД значительно ускоряет диффузионные процессы в сталях при ХТО [180].

Поэтому применение метода ИПД для заготовок из инструментальной стали с целью устранения строчечности и улучшения свойств представляет большой научный и практический интерес.

С целью исследования влияния предварительной ИПД на структурно-фазовый состав, механические и эксплуатационные свойства основы инструментальной стали марки Р6М5 и ее поверхности после ЛИА в МП был использован метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Схема получения образцов методом ИПДК представлена на рисунке 6.2.

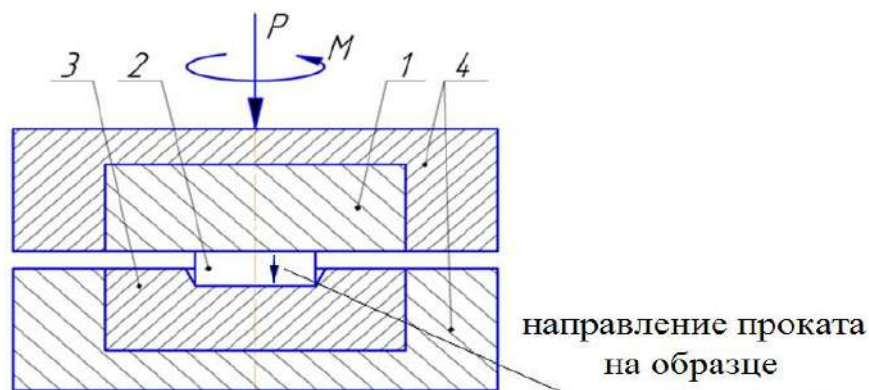


Рисунок 6.2 – Схема получения образцов методом ИПДК:

1,3 – верхний и нижний боек наковальни Бриджмана; 2 – образец, подвергаемый деформации; 4 – бандажи [19]

Образцы для исследований были получены в НИИ ФПМ УУНиТ под руководством д.ф-м.н, профессора Р.З. Валиева.

Для получения образцов методом ИПДК были изготовлены заготовки из стали марки Р6М5  $\varnothing$  20 мм и толщиной 2,2 мм. Образец подвергался осадке при комнатной температуре на 43 % и кручению на 1,5 оборота при величине гидростатического давления 4 ГПа. Режимы ИПДК были выбраны исходя из обязательного условия превышения величины скручивающего момента  $M_{ск}$  над моментом сопротивления сил трения  $M_{тр}$  только при выполнении которого возможно формирование очага деформации в образце [19, 195].

Максимальный остаточный сдвиг при кручении образца на 1,5 оборота согласно ГОСТ 3565-80 «Металлы. Метод испытания на кручение» составил 69%.

На рисунке 6.3 представлена микроструктура стали марки Р6М5 после ИПДК и последующей ТО.

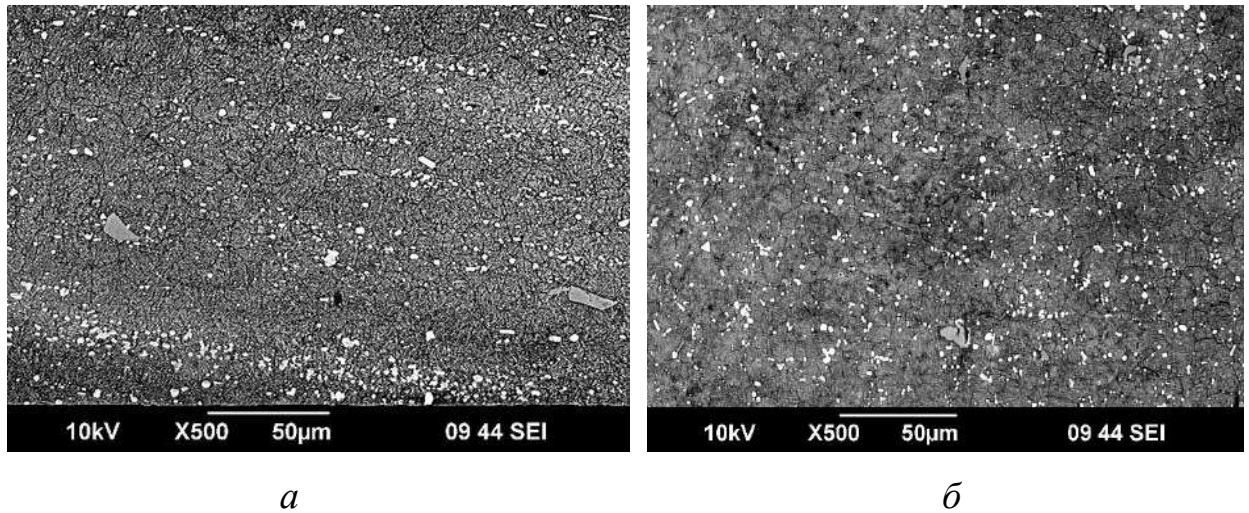


Рисунок 6.3 – Микроструктура стали марки Р6М5 после ИПДК и последующей ТО:  
а – на периферии, б – в центральной зоне образца [194]

Анализ снимков структуры стали марки Р6М5 (рисунок 6.3), полученных методом растровой электронной микроскопии, показал тангенциальную ориентацию нерастворенных карбидных включений (рисунок 6.3, а) на периферии образца и более равномерное распределение в центральной зоне образца на расстоянии  $0,1R$  (рисунок 6.3, б). Кручение образца в 1,5 оборота привело к смещению карбидных фаз на  $45^\circ$  на периферии, вызванному сдвиговыми деформациями. Также увеличилась твердость с поверхности образца до 67 HRC [194].

Более детальный анализ снимков микроструктуры стали после ИПДК и ТО в центральной зоне образца (рисунок 6.4) позволил установить, что карбидные включения, средний размер которых составляет  $\sim 1,5$  мкм находятся преимущественно по границам зерен и близки к правильной сферической форме. При ИПДК происходит частичное дробление крупных карбидов. Рентгеноструктурный фазовый анализ показал наличие в стали

карбидов  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$ ,  $M_6C$ ,  $M_2C$ ,  $MC$  на основе вольфрама, молибдена, ванадия, железа и хрома [34].

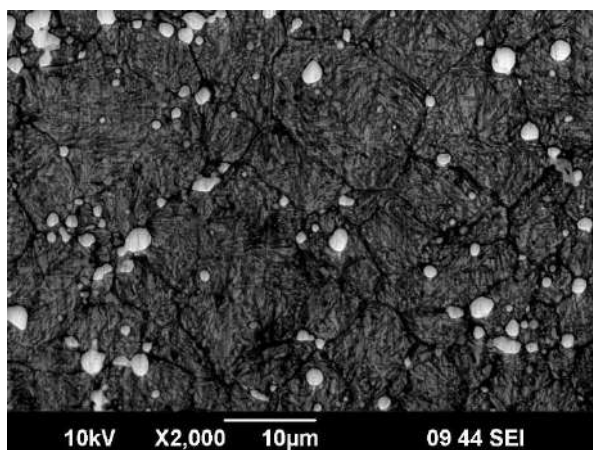


Рисунок 6.4 – Микроструктура стали марки Р6М5 после ИПДК и последующей ТО в центральной зоне образца [34]

ТО состояла из закалки и однократного высокого отпуска. Закалка проводилась при температуре  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  для наибольшего растворения основных легирующих компонентов. Длительность выдержки при закалке назначается исходя из сечения образца и растворения в пределах возможности в аустените части карбидов. В некоторых случаях, с целью получения более высокой твердости и теплостойкости, выдержку увеличивают на 25 %. Во избежание окисления закалка проводилась в бариевой ванне ( $BaCl_2$ ), чтобы предотвратить обезуглероживание и рост зерна аустенита выдержка была непродолжительной и составляла 10-12 секунд, ввиду того, что диаметр образцов составлял 20 мм.

После высокого отпуска при температуре  $560\text{ }^{\circ}\text{C}$  с выдержкой 10 минут происходит превращение остаточного аустенита в мартенсит и вторичное твердение, которое сопровождается увеличением твердости. Однократного отпуска достаточно для того чтобы произошло более полное растворение остаточного аустенита, так как за счет предварительной ИПДК увеличилась плотность дефектов, ускорились диффузионные процессы, благодаря чему мартенситное превращение протекает более полно. Также ИПДК увеличивает



уровень свободной энергии границ зерен. Количество границ зерен увеличивается, происходит явление наклепа. Для оценки микроструктуры вольфрамомолибденовой стали использовался ГОСТ 5640-2020 «Металлографический метод оценки микроструктуры листов и ленты».

Термическая обработка образцов была проведена в ПАО «ОДК-УМПО» в инструментальном цехе №19.

Для определения приемлемого режима ТО по количеству остаточного аустенита были проведены рентгеноструктурный анализ и замеры твердости, результаты которых приведены в таблице 6.1.

Таблица 6.1 – Результаты влияния режимов ТО на количество остаточного аустенита и твердости [19]

Температура закалки, °С	Количество остаточного аустенита, %	Твердость, HRC
закалка + однократный отпуск при 560 °С		
1150	3	65,7
1200	1	67,0
закалка + 3-кратный отпуск при 560 °С		
1220	1 – 3	63 – 65

Анализ представленных в таблице данных предложенной и традиционных режимов ТО показал сопоставимое значение остаточного аустенита, который находится в пределах 1-3 % [19].

На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы о том, что предварительная ИПДК стали марки Р6М5 позволяет:

- 1) получать структуру с однородным распределением карбидных включений;
- 2) позволяет снизить объемную величину остаточного аустенита до 1-3 % за счет однократного отпуска 560 °С вместо трех;

3) повысить теплостойкость поверхностных слоев быстрорежущей стали марки Р6М5 до 6 ч при температуре испытания 620 °С за счет полноты процесса фазового превращения и более полного растворения легирующих элементов, особенно вольфрама.

Также при разработке ТП необходимо учесть, что при проектировании штампового инструмента, работающего в условиях интенсивного абразивного износа и невысоких тепловых воздействий возможно применение ТО с закалкой с 1150 °С, а при требовании к инструменту повышенной теплостойкости закалку с 1200 °С.

## **6.2 Разработка новых технических подходов к локальному ионному азотированию в магнитном поле**

В рамках диссертационной работы были исследованы и разработаны способы ЛИА в МП (патенты РФ №2640703, №2654161), позволяющие проводить упрочняющую поверхностную обработку концевых участков деталей, в частности, штампового инструмента, работающего в условиях локального контактного износа (Приложение В).

Суть способа ЛИА в МП заключается в применении магнитной системы (системы постоянных магнитов или электромагнитов) которая оказывает влияние на форму и структуру ТР. Магнитное поле, создавая силу Лоренца, оказывает силовое воздействие на перемещающиеся заряженные частицы в плазме ТР, задавая орбиту, по которой движутся частицы, без изменения энергии. Вследствие осцилляции электронов в создаваемой магнитной системой «ловушке» у поверхности катода формируется плазма ТР повышенной плотности вследствие увеличения актов ионизации. По мере удаления от магнитной системы влияние магнитного поля на заряженные частицы падает, что приводит к неоднородности распределения характеристик плазмы в газоразрядном промежутке, а именно ее плотности.

При ЛИА в МП часть детали находится в зоне плазмы азота повышенной плотности, формируемой в тороидальной области движущимися по циклоидальным траекториям заряженными частицами. Использование МП при ИА способствует повышению тока ТР в 1,5-2 раза, вследствие чего возрастает число активных ионов, участвующих в процессе катодного распыления-конденсации на поверхности металла. Высокий градиент концентрации насыщающего элемента приводит к интенсификации процесса диффузионного насыщения на локальных участках и сокращению длительности обработки в  $\sim 2$  раза.

На рисунке 6.5 приведена схема процесса ЛИА в МП и формируемая при этом градиентная структура.

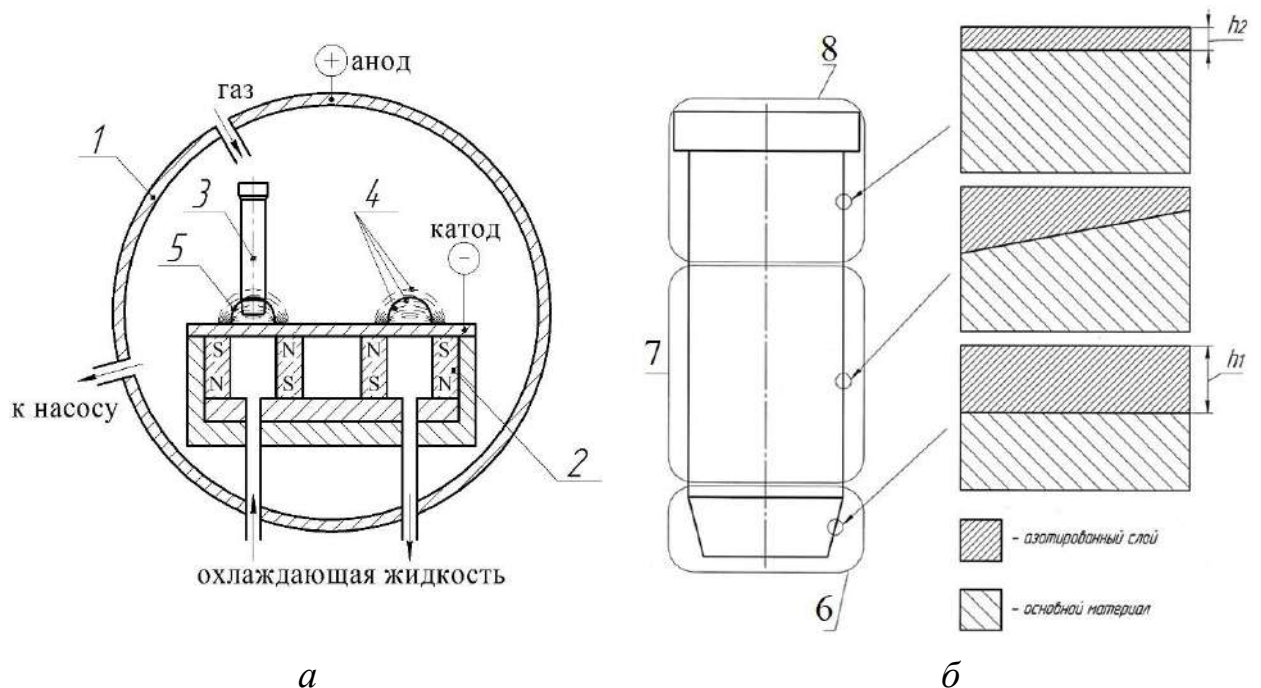


Рисунок 6.5 – Схема процесса ЛИА в МП (а) и формируемая при этом градиентная структура (б): 1 – вакуумная камера; 2 – магнитная система; 3 – обрабатываемая деталь; 4 – силовые линии МП; 5 – плазма азота повышенной плотности; 6 – зона локальной обработки; 7 – переходная зона; 8 – зона азотирования вне МП (Приложение В, патент РФ №2640703)

В зоне ИА в МП в результате интенсификации процесса диффузионного насыщения  $h_1 > h_2$ . В переходной зоне происходит плавное изменение толщины упрочненного слоя от  $h_1$  к  $h_2$  (рисунок 6.5, б).

Для реализации технологии ЛИА в МП была модернизирована установка ЭЛУ-5 путем дооснащения магнитной системой с длиной 450 мм, высотой 50 мм, шириной 100 мм и индукцией магнитного поля  $B=0,03$  Тл. Для сохранения постоянства свойств магнитной системы в течение всего процесса ИА была спроектирована система охлаждения (рисунок 6.5, а). Процесс ЛИА в МП проводили при  $P=150$  Па и газовой смеси  $N_2$  70%,  $Ar$  25%,  $H_2$  5% [159, 73].

### 6.3 Исследование структуры стали марки Р6М5 после локального ионного азотирования с магнитным полем

Металлографические исследования структуры вольфрамомолибденовой стали проводили методами оптической и растровой электронной микроскопии. Микроструктура поперечного шлифа стали марки Р6М5 после прокатки методом горячей термомеханической обработки, ТО и последующего ИА в течение 6 ч представлена на рисунке 6.6.

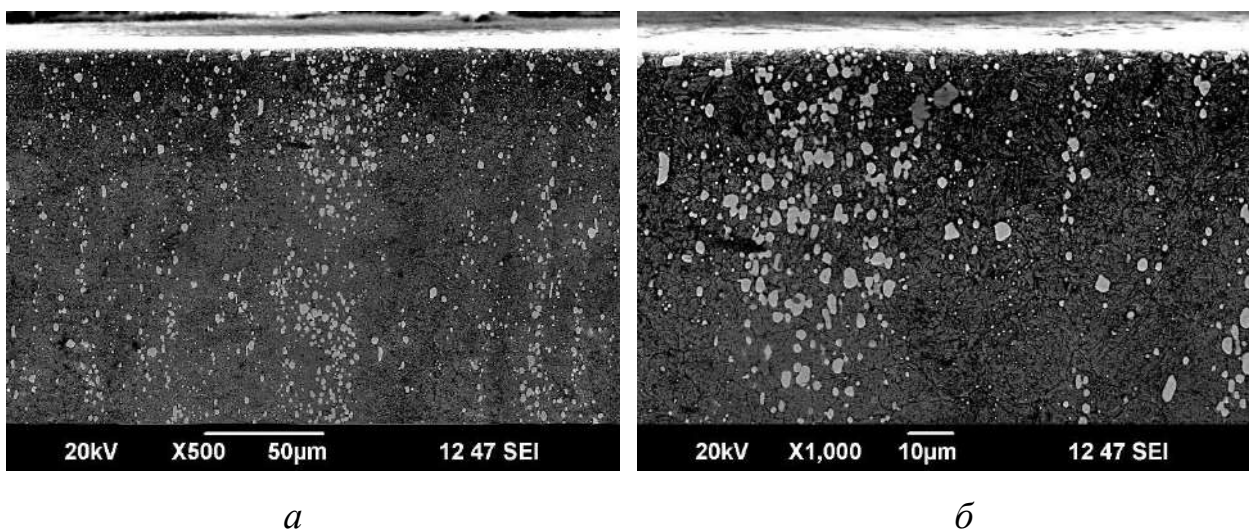


Рисунок 6.6 – Структура стали марки Р6М5 после ИА при  $T=550^\circ\text{C}$ ,  $P=150$  Па,  $t=6$  ч,  $U=500$  В: а –  $\times 500$ , б –  $\times 1000$  [195]

Диффузионный слой после ИА выявляли путем травления образцов в 4%-ном растворе азотной кислоты. Установлено, что ИА не влияет на структуру основы материала, а также на плотность и размер карбидных включений. Протяженность модифицированного слоя при ИА оценивали по толщине темного, сильно травящегося поверхностного слоя. Анализ снимка поперечного шлифа показал отсутствие четкой границы между упрочненным слоем и основой материала. Структура азотированного слоя представляет собой азотистую  $\alpha$ -фазу с постепенным уменьшением количества азота по мере удаления от поверхности [195]. Присутствие в составе стали *Cr*, *W* и *Mo* позволяет увеличить механические свойства стали, однако отрицательно влияет на диффузионные процессы. Также на снимке наблюдается столбчатое распределение карбидов (туннельный эффект) вблизи азотированного слоя, которое может снижать эксплуатационные свойства инструментов, работающих в условиях износа. Для оценки толщины упрочненного слоя необходимы дополнительные измерения микротвердости по глубине зоны внутреннего азотирования.

Микроструктура поперечного шлифа стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и последующего ИА в течение 6 ч представлена на рисунке 6.7.

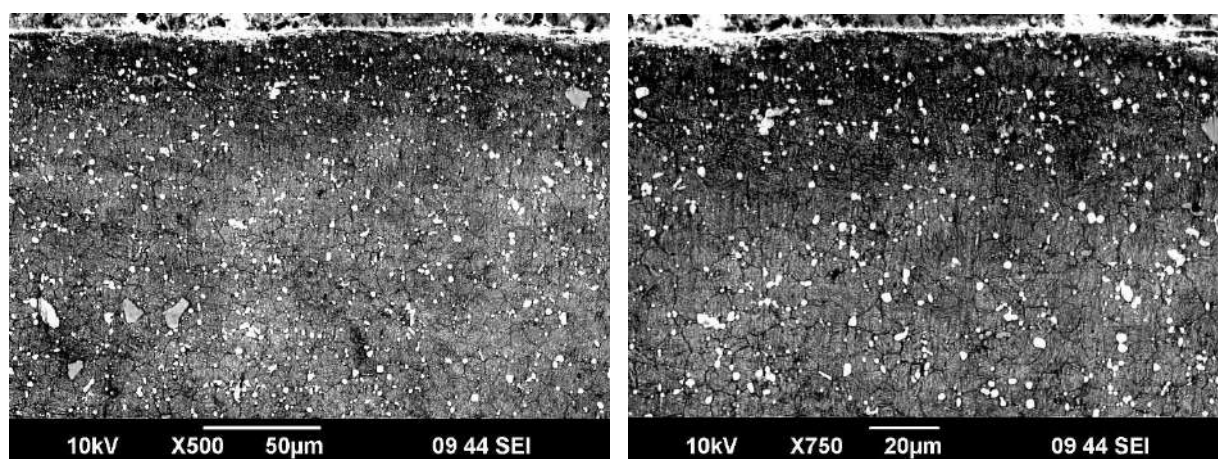


Рисунок 6.7 – Структура стали марки Р6М5 после ИПДК и ИА при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150$  Па,  $t=6$  ч,  $U=500$  В: а –  $\times 500$ , б –  $\times 750$  [194]

Анализ микроструктуры поперечного шлифа образцов, прошедших ИПДК, ТО и последующее ИА, показал более протяженную диффузионную зону [194]. Образование более протяженной диффузионной зоны связано с разностью термодинамических потенциалов образования твердого раствора нитридов и карбонитридов, а также с большой плотностью дефектов.

Для реализации технологии ЛИА в МП образцы, прошедшие ИПДК и ТО в виде закалки и однократного отпуска, были расположены на различных расстояниях (0, 12, 20 и 60 мм) от поверхности магнитной системы. Схема проведения эксперимента представлена на рисунке 6.8.

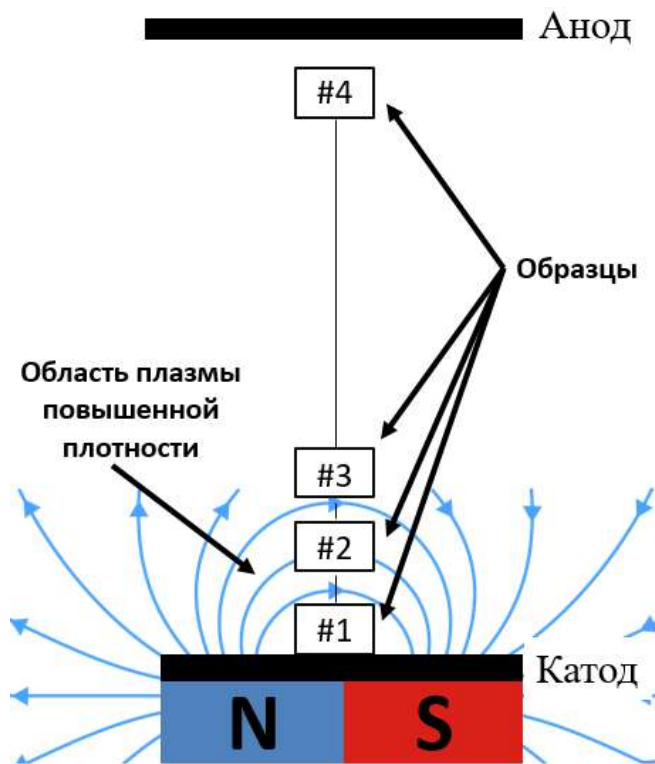


Рисунок 6.8 – Схема эксперимента по реализации технологии ЛИА в МП: образец №1 – 0 мм; образец №2 – 12 мм; образец №3 – 20 мм; образец №4 – 60 мм

Микроструктура образцов из стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и ИА в МП представлена на рисунке 6.9.

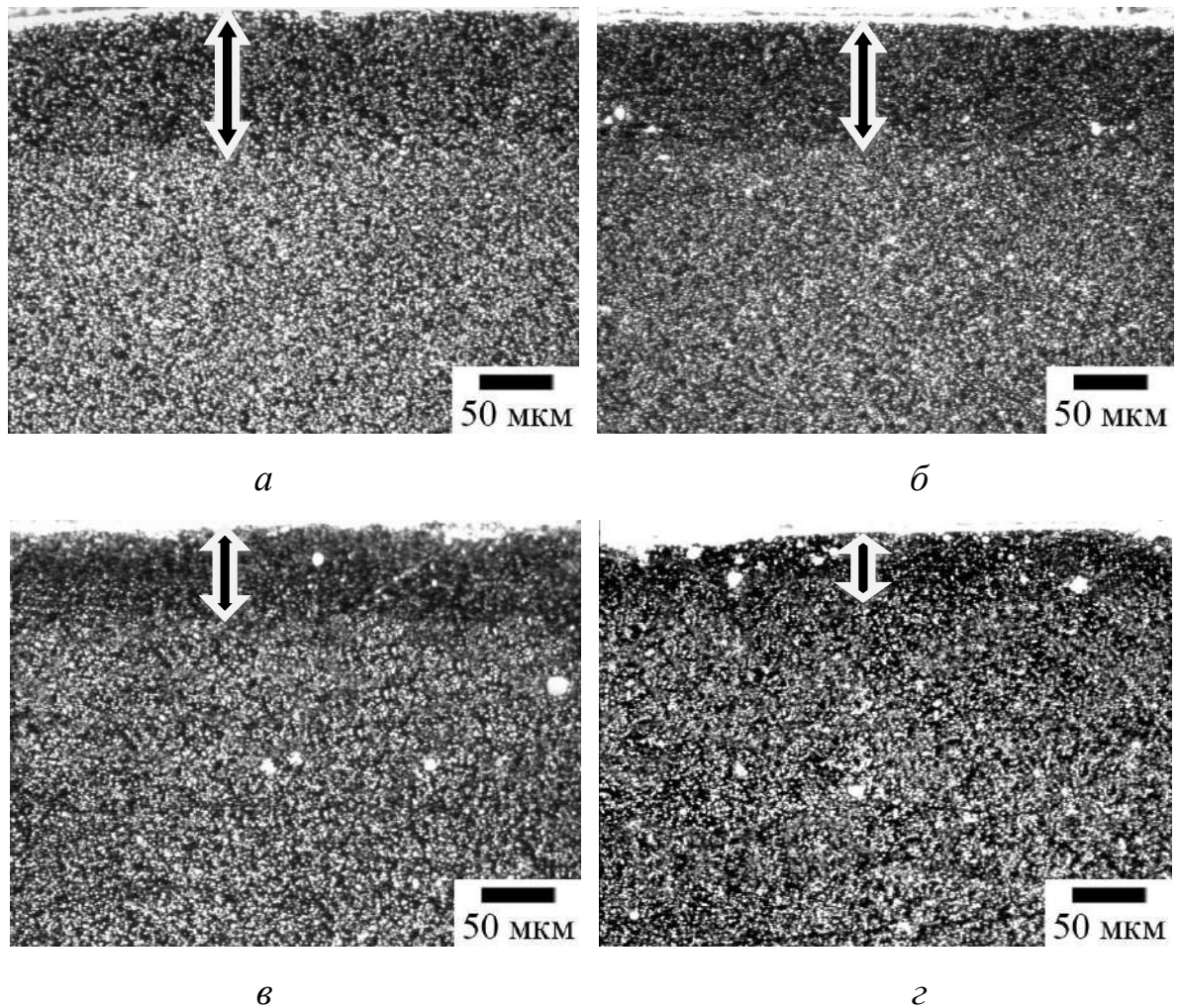


Рисунок 6.9 – Структура стали марки P6M5 после ИПДК, ТО и ИА в МП: а – 0 мм; б – 12 мм; в – 20 мм; г – 60 мм

Анализ снимков структур стали марки P6M5 по ЛИА в МП показал, что по мере отдаления образцов от магнитной системы толщина темной диффузионной зоны плавно уменьшается. Установлено, что толщина диффузионной зоны у образца №1, находящимся под влиянием скрещенных электрических и магнитных полей в  $\sim 2-2,5$  раза больше, чем у образца №4, не подверженного влиянию МП. Это связано с осцилляцией электронов в «магнитной ловушке» и, как следствие, высоким градиентом концентрации диффундирующего элемента на обрабатываемой поверхности [33, 34].

#### **6.4 Исследование характера распределения микротвердости по глубине упрочненного слоя при локальном ионном азотировании с магнитным полем стали марки Р6М5**

Известно, что ХТО инструментальных сталей, учитывая жесткие условия работы инструмента, позволяет увеличить ее стойкость в 1,5-3 раза за счет создания на поверхности материала слоя, прочно связанного с основной материала и обладающего высокой твердостью и теплостойкостью. На выбор ХТО влияют температура при которой будет проводиться обработка и требования к поверхности детали и упрочненному слою. В связи с этим, перспективным методом обработки является ИА, позволяющее проводить процесс упрочнения при относительно низких температурах (520-580 °С) с высокими свойствами (твердость, износостойкость, теплостойкость и т.д.) упрочненного слоя. А остаточные сжимающие напряжения, возникающие при ИА, благоприятно влияют на эксплуатационные характеристики инструментальных изделий.

Высокая твердость упрочненного слоя после ИА вызвана упругими искажениями кристаллической решетки в процессе растворения азота в твердом растворе. С увеличением концентрации азота в растворе твердость материала также увеличивается. Образованные нитриды и карбонитриды, которые повышают твердость материала, при металлографических исследованиях можно увидеть в виде небольших сфероидальных частиц. При этом твердость нитридных фаз выше (1300-1400 *HV*), чем у карбонитридных. При длительных обработках выше температуры 520 °С на поверхности материала, а также в зоне внутреннего азотирования в виде прожилок вдоль границ зерен начинает образовываться хрупкая  $\epsilon$ -фаза [160].

Замеры микротвердости с поверхности образцов и по глубине упрочненного слоя производили методом Викерса. На рисунке 6.10 представлены кривые распределения микротвердости для стали марки Р6М5 после различных видов обработок.



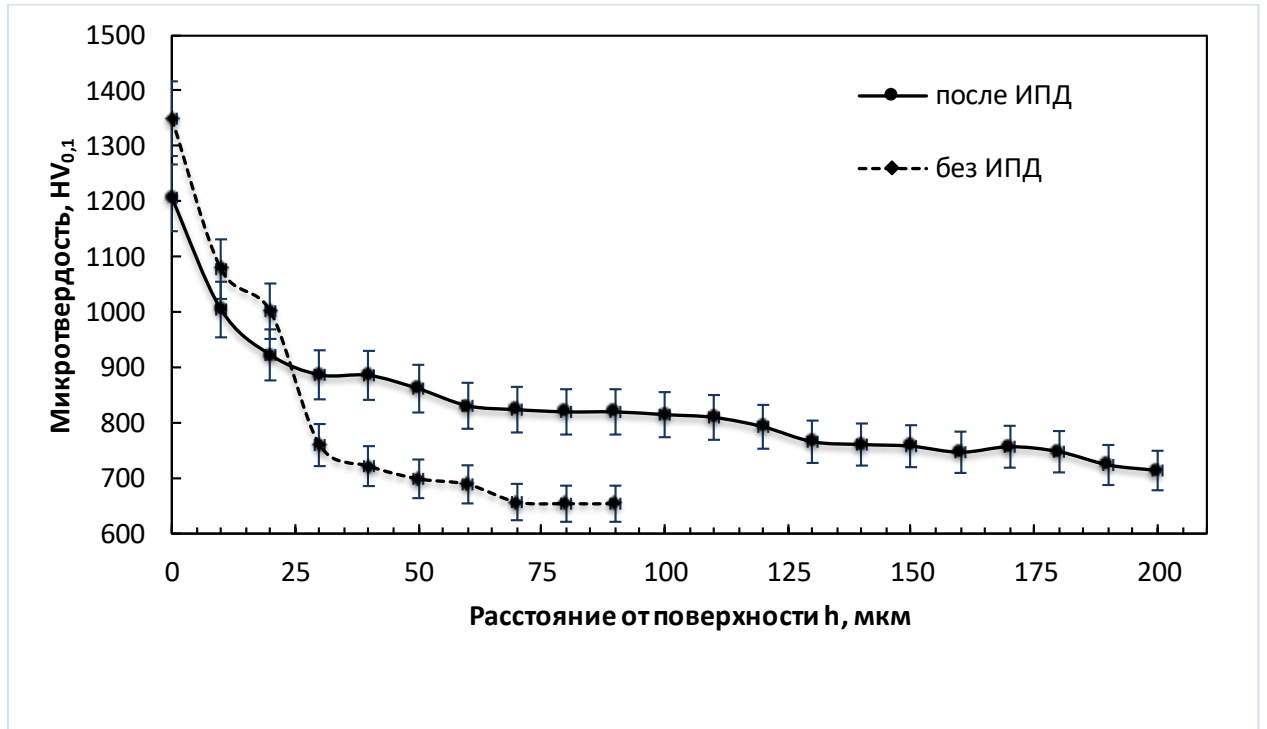


Рисунок 6.10 – Распределение микротвердости по глубине азотированного слоя стали марки Р6М5 с предварительным ИПДК и без [38]

Замеры микротвердости с поверхности образца, не прошедшего предварительную ИПДК, показали ее прирост в  $\sim 2$  раза, по сравнению с основой. Это связано с образованием в приповерхностном слое материала высокоазотистых нитридных фаз, сдерживающих процесс проникновения азота вглубь материала [38]. В случае предварительной ИПДК и ТО перед ИА прирост поверхностной микротвердости составил  $\sim 1,7$  раза, вследствие активной диффузии азота вглубь материала. Это обусловлено высокой степенью наклепа, большой плотностью дефектов, высокоугловыми границами зерен, которые возникают в результате ИПДК и влияют на интенсификацию протекания диффузионных процессов в материале [38].

Анализ характера распределения микротвердости по глубине модифицированной зоны показал, что у образца, прошедшего предварительную ИПДК, распределение более плавное, без резких границ (рисунок 6.10), что связано с возникшими благоприятными условиями для

протекания диффузионных процессов вследствие возникшего после пластической деформации несовершенства структуры. Установлено, что толщина упрочненного слоя азотированного образца с предварительным ИПДК и ТО в  $\sim 2-2,5$  раза больше, чем у образца, не прошедшего ИПДК [38].

С целью исследования влияния МП на изменение микротвердости азотированного слоя были проведены измерения микротвердости для 4-х образцов, обработанных в скрещенных электрических и магнитных полях на различных расстояниях от магнитной системы. Результаты измерений представлены в таблице 6.2.

Таблица 6.2 – Изменение поверхностной микротвердости и толщины упрочненного слоя при ЛИА с МП образцов, расположенных на разных расстояниях от магнитной системы

Расстояние от магнитной системы	0 мм	12 мм	20 мм	60 мм
Микротвердость азотированного слоя, HV	1076,9 $\pm$ 10	747,6 $\pm$ 10	746,9 $\pm$ 10	709,5 $\pm$ 10
Глубина азотированного слоя, мкм	100 $\pm$ 5	70 $\pm$ 5	50 $\pm$ 5	40 $\pm$ 5

Опираясь на результаты, предоставленные в таблице 6.2, можно сделать вывод, что использование МП при ИА приводит к интенсификации процесса диффузии и обеспечивает высокую эффективность процесса, по сравнению с обычным методом азотирования. Резкое увеличение глубины азотированного слоя при ЛИА с МП объясняется высокой концентрацией ионов азота вокруг магнитно-силовых линий. Доказательством тому являются показатели глубины азотированного слоя. При ЛИА в МП достигается максимальная глубина азотированного слоя при расположении образца непосредственно на магнитную систему (0 мм). С увеличением расстояния от магнитной системы глубина азотированного слоя уменьшается.

## 6.5 Исследование состава упрочненного слоя стали марки Р6М5 после локального ионного азотирования с магнитным полем стали Р6М5

В вольфрамомолибденовых сталях требуемый комплекс свойств обеспечивается легированием карбидообразующими элементами ( $W$ ,  $Mo$ ,  $V$ ) типа  $MC$ ,  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$  объем которых в состоянии поставки занимает до 30%. После ТО объем карбидов падает до 10-15% вследствие растворения в твердых растворах. Для получения комплекса высоких физических и механических свойств, а также эксплуатационных характеристик детали из вольфрамомолибденовой стали подвергаются ИА, после которого на поверхности формируются твердые нитриды как основного металла, так и легирующих компонентов [160].

В диссертационной работе рентгеноструктурный анализ проводился с использованием дифрактометра «RigakuUltima IV». В эксперименте применена рентгеновская трубка с медным катодом ( $\lambda=1,540562\text{Å}$ ). Общий вид рентгенограмм снимался с шагом сканирования  $0,05^\circ$  и временем экспозиции в каждой точке равной 5 с [38].

Рентгеноструктурный анализ фазового состава поверхности стали марки Р6М5 после ИА без предварительного ИПДК (рисунок 6.11, а) показал присутствие нитридов железа  $\varepsilon$ -фазы ( $Fe_2N$ ,  $Fe_3N$ ),  $\gamma'$ -фазы ( $Fe_4N$ ), азотистого  $\alpha$ -твердого раствора ( $\alpha-Fe_{[N]}$ ) и легирующего элемента хрома  $CrN$ ,  $Cr_2N$ . У образца после ИПДК, ТО и последующего ИА (рисунок 6.11, б) обнаружены аналогичные фазы за исключением нитрида  $Fe_4N$  ( $\gamma'$ -фазы), отсутствие которого связано его гомогенностью в узком интервале концентраций азота (5,30 – 5,75%) [34, 38].

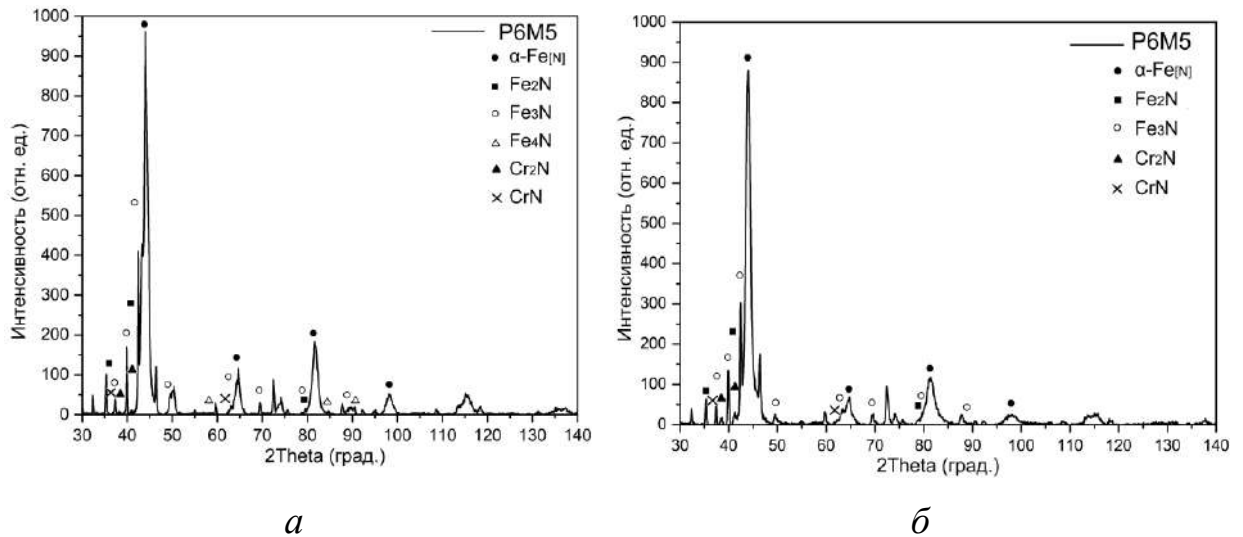


Рисунок 6.11 – Дифрактограммы с поверхности образцов из стали марки Р6М5 после ИА: а – исходный образец (без ИПДК), б – после ИПДК и ТО [38]

Анализ полученных дифрактограмм показал уменьшение интенсивности пиков нитридных фаз у стали марки Р6М5 после ИА с предварительным ИПДК и ТО, что свидетельствует об уменьшении концентрации азота в приповерхностном слое, по сравнению с образцом, который не прошел операцию ИПДК. Уменьшение количества азота на поверхности материала связано с его оттоком вглубь образца из-за благоприятных условий протекания диффузионных процессов, созданных ИПДК. Это подтверждается результатами замеров микротвердости с поверхности стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и последующего ИА ( $\sim 1210 \text{ HV}_{0,1}$ ), чем у образца, не прошедшего ИПДК ( $\sim 1350 \text{ HV}_{0,1}$ ).

Некоторое уширение в основании пиков  $\alpha\text{-Fe}_{[N]}$  образца после ИПДК, ТО и последующего ИА свидетельствует о формировании в упрочненном слое остаточных сжимающих напряжений, которые благоприятно влияют на эксплуатационные характеристики инструментальных изделий [73, 194].

Результаты рентгеноструктурного анализа фазового состава стали марки Р6М5 на расстоянии  $\sim 30$  мкм от поверхности представлены на рисунке 6.12.

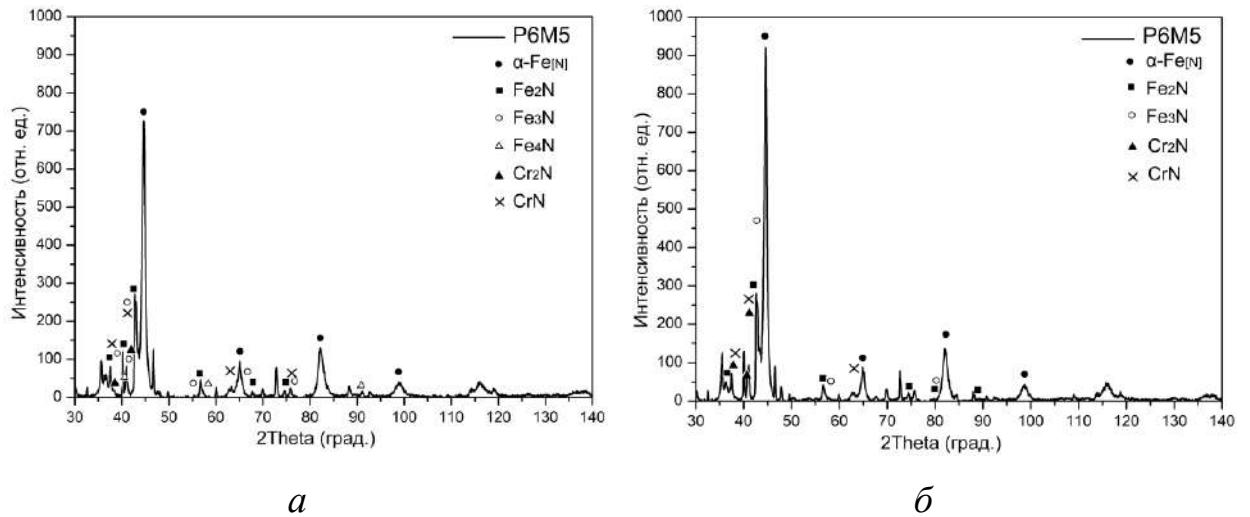


Рисунок 6.12 – Дифрактограммы образцов из стали марки Р6М5 на расстоянии  $\sim 30$  мкм от поверхности после ИА: а – исходный образец (без ИПДК), б – после ИПДК и ТО [38]

Рентгеноструктурный анализ фазового состава стали марки Р6М5 на расстоянии  $\sim 30$  мкм от поверхности проводили путем послойного травления поверхностного упрочненного слоя стали. Анализ дифрактограммы образца из вольфрамомолибденовой стали марки Р6М5, прошедшего ИА без предварительной ИПДК (рисунок 6.12, а), показал значительное уменьшение пиков нитридов железа  $\varepsilon$ -фазы ( $Fe_2N$ ,  $Fe_3N$ ),  $\gamma'$ -фазы ( $Fe_4N$ ), азотистого  $\alpha$ -твердого раствора ( $\alpha-Fe_{[N]}$ ), легирующего элемента хрома  $CrN$ ,  $Cr_2N$  и небольшое сужение в основании пиков  $\alpha-Fe_{[N]}$ . Это объясняется резким уменьшением концентрации азота на расстоянии  $\sim 30$  мкм от поверхности и подтверждается замерами микротвердости (рисунок 6.10). Высокоазотистые нитриды, образованные на поверхности материала, препятствуют, а в некоторых случаях блокируют процессы диффузии азота вглубь материала [38, 47].

Анализ полученных дифрактограмм показал сравнительно меньшее падение интенсивности пиков нитридов основного металла и легирующего элемента хрома у стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и последующего ИА. Это подтверждается более плавным распределением микротвердости по толщине модифицированного слоя [73, 194].

В таблице 6.3 представлены полученные результаты количественного анализа содержания нитридов на поверхности образцов из стали марки Р6М5 при различных методах ИА.

Таблица 6.3 – Результаты фазового анализа поверхности при разных режимах азотирования

Режимы азотирования		Количество нитридов, %		
		$Fe_2N$ ( $\zeta$ -фаза)	$Fe_3N$ ( $\zeta$ -фаза)	$Fe_4N$ ( $\gamma'$ -фаза)
ИА	Без ИПДК	1,276	–	1,560
	После ИПДК	0,983	–	1,109
ЛИА с МП	0мм	1,5	13,8	0,7
	12мм	1,5	–	–
	20мм	–	1,7	–
	60мм	–	–	–

Анализ полученных дифрактограмм показал, что в зависимости от режимов и методов ИА, предварительной обработки образцов из стали марки Р6М5 на поверхности материала формируются нитридные фазы различного состава (Таблица 6.3).

$\zeta$ -фаза может существовать в виде  $Fe_2N$  и  $Fe_3N$ , так как у нее широкий диапазон гомогенности. Высокие показатели содержания нитридов на поверхности азотированного слоя дает азотирование в МП при расположении образца непосредственно на магнит (0 мм), так как по магнитно-силовым линиям идет поток ионов азота и происходит насыщение поверхности образца азотом. При расположении образцов на расстоянии 12-60 мм не достигается желаемый результат.

Рентгеновским методом с использованием программы «Fortran» была определена средняя плотность дислокаций для образца после ИПДК, которая составила:

$$\rho \approx 4,6 * 10^{15} \text{ м}^{-2}.$$

В образце после ИПДК средняя плотность дислокаций больше, так как произошел наклеп, который ведет к увеличению твердости материала. Также анализ показал, что релаксация, которая происходит во время термической обработки после ИПДК, прошла не полностью, так как время выдержки под закалку была непродолжительной.

#### **6.6 Исследование методом склерометрии свойств поверхности инструментальной стали марки Р6М5 после ионного азотирования с магнитным полем**

Испытания проводились на приборе «CSM SCRATCH TESTER» при начальной 0,03 Н и конечной 10 Н нагрузках на индентор при скорости его перемещения 1 мм/сек на длине 3 мм. Данная методика исследования свойств поверхности моделирует процесс абразивного износа, который является преобладающим видом разрушения в инструментах, работающих на износ [194].

Используя микроскоп было выбрано место для царапания в виде ровной площадки, свободной от глубоких поверхностных дефектов. Оптические снимки микрофотографии царапин на поверхности упрочненных образцов ИА приведены на рисунке 6.13.

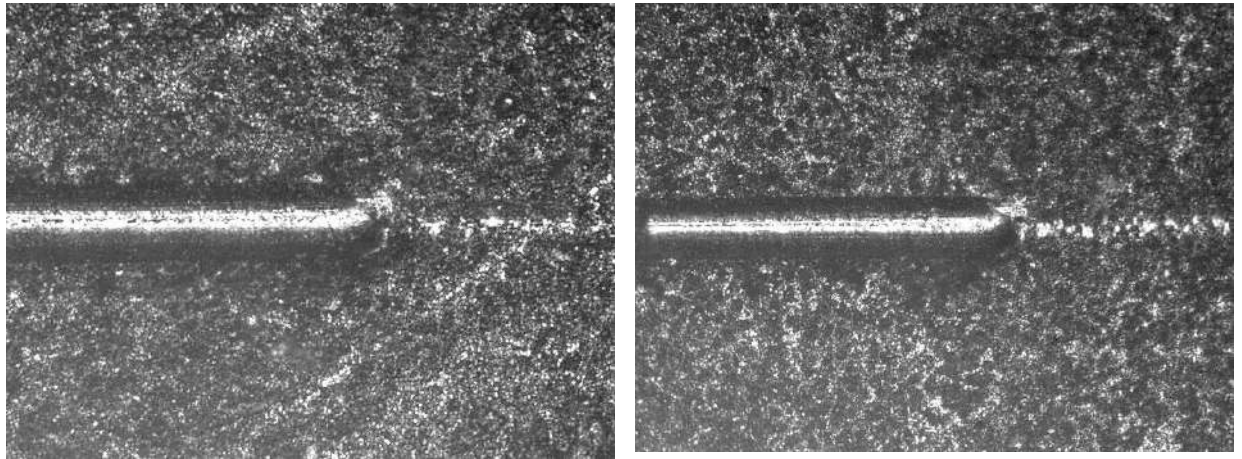
*a**б*

Рисунок 6.13 – Микрофотография царапин поверхности образцов из стали марки Р6М5 после ИА: а – исходный образец (без ИПДК), б – после ИПДК [194]

Царапины, приведенные на рисунке 6.13, имеют ровные края и пригодны для измерения ширины. Анализ микрофотографий царапин показал, что ширина царапины на образце, прошедшем ИПДК, ТО и последующее ИА (рисунок 6.13, б) на 1,5 мкм меньше, чем у образца после ИА (без ИПДК) (рисунок 6.13, а), ширина которой составляет ~ 6,5 мкм [194].

Формирование на поверхности образца, подвергнутого ИА без ИПДК столбчатой структуры из высокоазотистых нитридов, препятствующей проникновению диффундирующего элемента вглубь материала, приводит к резкому падению микротвердости по глубине диффузионного слоя и переходу от упрочненного слоя к основе материала (рисунок 6.13, а). Поэтому в зоне скопления высокоазотистых фаз (на поверхности) микротвердость материала высокая и, следовательно, глубина проникновения индентора минимальная (рисунок 6.14, а) [194].

На образце после ИПДК, ТО и последующего ИА наблюдается более плавный и равномерный переход от азотированного слоя к сердцевине образца (рисунок 6.14, б) [194].



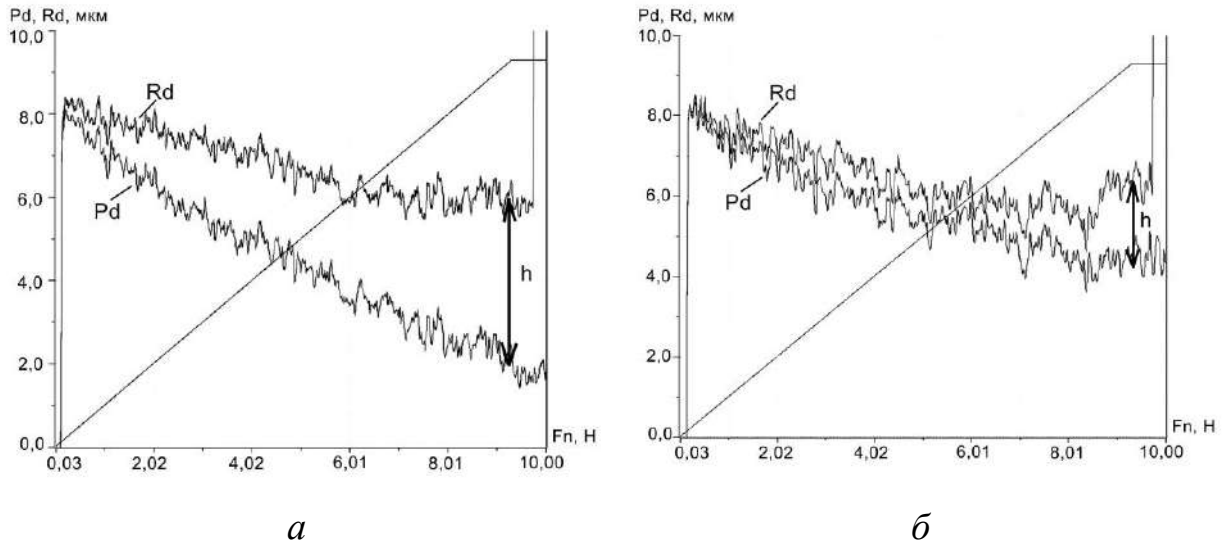


Рисунок 6.14 – Результаты склерометрических исследований,  $R_d$  – изменение глубины индентора при упруго-пластическом деформировании покрытия;  $P_d$  – изменение глубины индентора после упругого восстановления материала покрытия: а – исходный образец (без ИПДК), б – после ИПДК и ТО [194]

На образцах после ИА (без ИПДК) разница между глубиной проникновения индентора при упруго-пластическом деформировании азотированного слоя и изменением глубины после упругого восстановления азотированного слоя при  $F_n=9$  Н больше и составляет  $h_1=3,8$  мкм (рисунок 6.14, а), что может привести к возникновению трещин и преждевременному разрушению азотированного слоя [194].

А на образце после ИПДК, ТО и последующего ИА (рисунок 6.14, б) разница между глубиной проникновения индентора при упруго-пластическом деформировании азотированного слоя и изменением глубины после упругого восстановления азотированного слоя при  $F_n=9$  Н меньше и составила  $h_2=2$  мкм. Полученные результаты объясняются большой плотностью дислокаций, не позволяющих материалу вернуться в упруго-пластическое состояние, поэтому  $h_1>h_2$  [194]. Это позволяет упрочненному слою выдерживать большие нагрузки без разрушения.

По результатам экспериментальных данных по формуле (6.1) были проведены расчеты величины напряжения динамического сопротивления движению твердого индентора в азотированном слое ( $\sigma_{ind}$ , МПа):

$$\sigma_{ind} = L_c / \pi P d (2R_{ind} - P_d), \text{ МПа} \quad (6.1)$$

где  $L_c$  – критическая нагрузка при произвольной глубине проникновения индентора, мкМ;

$R_{ind}$  – радиус индентора (20 мкМ);

$P_d$  – глубина проникновения индентора при упруго-пластическом деформировании покрытия, мкМ.

Расчет напряжения производился на глубине 4,5 мкМ.

Для образца без ИПДК напряжение динамического сопротивления движению твердого индентора в азотированном слое ( $\sigma_{ind}$ , МПа) составила:

$$\sigma_{ind} = L_c / \pi P d (2R_{ind} - P_d) = 7,6 / 3,14 * 4,5 * ((2 * 20) - 4,5) = 15151,1 \text{ МПа.}$$

А для образца после ИПДК:

$$\sigma_{ind} = L_c / \pi P d (2R_{ind} - P_d) = 4,7 / 3,14 * 4,5 * ((2 * 20) - 4,5) = 9369,7 \text{ МПа.}$$

Величина  $\sigma_{ind}$  характеризует прочность поверхности при ее упруго-пластическом деформировании, способность сопротивляться разрушению под действием внешней нормальной нагрузки.

Чем меньше изменения глубины упругого восстановления материала после царапания, тем больше площадь отпечатка, а значит больше напряжения динамического сопротивления движению твердого индентора в азотированном слое.

В инструментах, работающих на износ, преобладающим видом разрушения является абразивный износ. Поэтому напряжение динамического сопротивления движению твердого индентора в азотированном слое является главным критерием при оценке изменения параметров при гравюре штампа. Эти испытания важны для анализа оценки износостойкости азотированного слоя.

### Выводы по главе 6

1. Разработан способ ЛИА в МП, позволяющий интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза на рабочих участках деталей путем создания повышенного градиента концентрации диффундирующего элемента на отдельных поверхностях деталей путем дополнительной ионизации газовой среды в МП.
2. Установлено, что предварительная ИПДК (осадка 43%,  $n=1,5$  об.,  $P=4$  ГПа) стали Р6М5 позволяет раздробить крупные нерастворенные карбиды и равномерно распределить их в объеме материала, устранив карбидную строчечность и полосчатость после прокатки.
3. Установлено, что предварительная ИПДК (осадка 43%,  $n=1,5$  об.,  $P=4$  ГПа) стали Р6М5 позволяет заменить трехкратный отпуск при температуре 560 °С на однократный без увеличения остаточного аустенита в материале после ТО с увеличением твердости до 67 HRC.
4. Установлено, что после ИПДК, ТО и последующего ИА при температуре 550 °С протяженность зоны диффузионного насыщения в 2-2,5 раза больше, чем у образцов без ИПДК, вследствие активной диффузии азота вглубь материала, что связано с разностью термодинамических потенциалов образования твердого раствора нитридов и карбонитридов, высокой степенью наклепа, большой плотностью дефектов и высокоугловыми границами зерен.
5. Установлено, что после ИА материала с предварительной ИПДК характер распределения микротвердости по толщине упроченного слоя более плавный, что связано с возникшими благоприятными условиями для протекания диффузионных процессов вследствие образования несовершенства структуры после ИПДК.
6. Установлено, что прирост поверхностной микротвердости после ИА для материала, прошедшего ИПДК составил  $\sim 1,7$  раза, а для материала, не прошедшего ИПДК в  $\sim 2$  раза. Большой прирост микротвердости у материала, не прошедшего ИПДК связан с

образованием в приповерхностном слое материала высокоазотистых нитридных фаз, сдерживающих процесс проникновения азота вглубь материала и увеличивающих поверхностную микротвердость.

7. Установлено, что предварительная ИПДК и ТО перед процессом ИА повышает износостойкость материала вследствие формирования на поверхности материала столбчатой структуры из высокоазотистых нитридов  $\varepsilon$ -фазы,  $\gamma'$ -фазы и легирующего элемента хрома  $CrN$ ,  $Cr_2N$ , которые позволяют упрочненному слою выдерживать большие нагрузки без разрушения. Установлено, что после склерометрических испытаний, моделирующих абразивный износ, у материала, прошедшего ИПДК, ТО и последующее ИА ширина царапины на 1,5 мкм меньше, чем у образца после ИА без предварительного ИПДК, а разница между глубиной проникновения индентора при упруго-пластическом деформировании азотированного слоя и изменением глубины после упругого восстановления азотированного слоя при  $F_n=9$  Н составляет 2 мкм и 3,8 мкм, соответственно.

## 7. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО РАЗРАБОТКЕ НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ЛОКАЛЬНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

### 7.1 Особенности влияния газовой среды на формирование диффузионной зоны при ионном азотировании

Известно [56, 82, 93], что на работоспособность изделий машиностроения, их ресурс и надежность в требуемых условиях эксплуатации влияет комплекс механических, эксплуатационных и физико-химических свойств который достигается сочетанием объемных свойств основы материала и свойств поверхностного слоя. Согласно РД 50-186-80, при азотировании в ТР требуемые свойства поверхности и технологические параметры процесса (температура подложки, разность потенциалов между электродами) прежде всего обеспечиваются составом газовой среды. Также по литературным данным известно, что состав насыщающей среды оказывает значительное влияние на эффективность процесса ИА.

При разработке технологии ЛИА использовалась многокомпонентная смесь газов, состоящая из азота  $N_2$ , аргона  $Ar$  и водорода  $H_2$  в различных соотношениях. На практике не редко вместо  $H_2$  применяются водородсодержащие газы, например, аммиак  $NH_3$  либо углеводородные газы – ацетилен  $C_2H_2$ , метан  $CH_4$  и др. Поскольку в данной диссертационной работе обеспечение безопасности технического персонала и охраны окружающей среды являлись одними из основных критериев выбора газовой среды при ИА, аммиак, являющийся ядовитым и взрывоопасным веществом, в исследованиях не применялся. В связи с этим крайне необходимы новые более безопасные среды насыщения сталей при ИА.

Варьирование состава газа при ИА позволяет в широком диапазоне регулировать строение и толщину упрочненного слоя, а также его физико-механические свойства, однако в настоящее время не определено приемлемое

соотношение рабочих газов для сталей различных классов с учетом условий эксплуатации и слабо представлены экспериментальные и теоретические данные о влиянии многокомпонентных насыщающих сред на технологические параметры процесса ИА, что требует дополнительных исследований.

Аргон, обладающий большой массой, по сравнению с азотом и водородом, в период ионной очистки при бомбардировке обрабатываемой поверхности обеспечивает более интенсивное распыление металла и оказывает значительное влияние на энергетику процесса активации, а также создает многочисленные несовершенства строения решетки, способствующие интенсификации процесса диффузии азота в металле [130]. Также аргон способствует повышению пластичности упрочненного слоя.

Водород, благодаря высокой своей химической активности позволяет снизить уровень вредного влияния кислорода, препятствуя образованию окислов железа на обрабатываемой поверхности, которые затрудняют и в некоторых случаях блокируют процесс диффузии азота в металл [15, 138]. Однако, водород, обладая более высокой диффузионной подвижностью, чем азот, проникает во внутреннюю зону материала и при определенных концентрациях уменьшает пластичность азотированного слоя, а также влияет на трещиностойкость [16]. С другой стороны, содержание некоторого количества водорода при ИА позволяет повысить скорость диффузионного насыщения обрабатываемой поверхности азотом. Таким образом, водород в смеси рабочего газа может менять кинетику процесса диффузионного насыщения, физико-механические характеристики и фазовый состав азотированного слоя, поэтому задача определения приемлемого количества водорода в многокомпонентной газовой среде является актуальной.

Исследования по влиянию водорода на толщину упрочненного слоя при ионном азотировании проводились на предварительно термообработанных образцах из сталей мартенситного класса марок 13X11H2B2MФ-Ш, 16X3HВФМБ-Ш, перлитного класса марки 38ХМЮА и аустенитного класса

марки 12X18H10T. Длительность обработки составила  $t=6$  ч при  $T=550\pm 10^\circ\text{C}$  и  $P=150\pm 5$  Па. В таблице 7.1 представлены варианты газовой смеси.

Таблица 7.1 – Составы рабочих газовых смесей [22]

№	Состав газовой смеси
1	60% Ar+30% N <sub>2</sub> +10% H <sub>2</sub>
2	55% Ar+30% N <sub>2</sub> +15% H <sub>2</sub>
3	50% Ar+30% N <sub>2</sub> +20% H <sub>2</sub>
4	45% Ar+30% N <sub>2</sub> +25% H <sub>2</sub>
5	40% Ar+30% N <sub>2</sub> +30% H <sub>2</sub>

Состав газовой среды варьировался по содержанию водорода H<sub>2</sub> с 10 до 30% и аргона Ar по остаточному принципу, поскольку содержание азота N<sub>2</sub> не менялось. На рисунке 7.1 приведены результаты оптических исследований микроструктуры поперечных шлифов образцов из стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИА при различном содержании водорода в газовой среде.

Анализ оптических снимков (рисунок 7.1) стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ионного азотирования при различных составах рабочего газа показал, что с увеличением концентрации водорода свыше 15% происходит значительное наводораживание диффузионного слоя, которая приводит к охрупчиванию поверхностного слоя стали. В диффузионном слое стали после азотирования при 20% водорода в смеси рабочего газа обнаружена незначительная пористость и образование микротрещин. При содержании водорода свыше 20% в структуре азотированного слоя выявляются дефекты в виде шелушения и сколов кромок [22, 23].

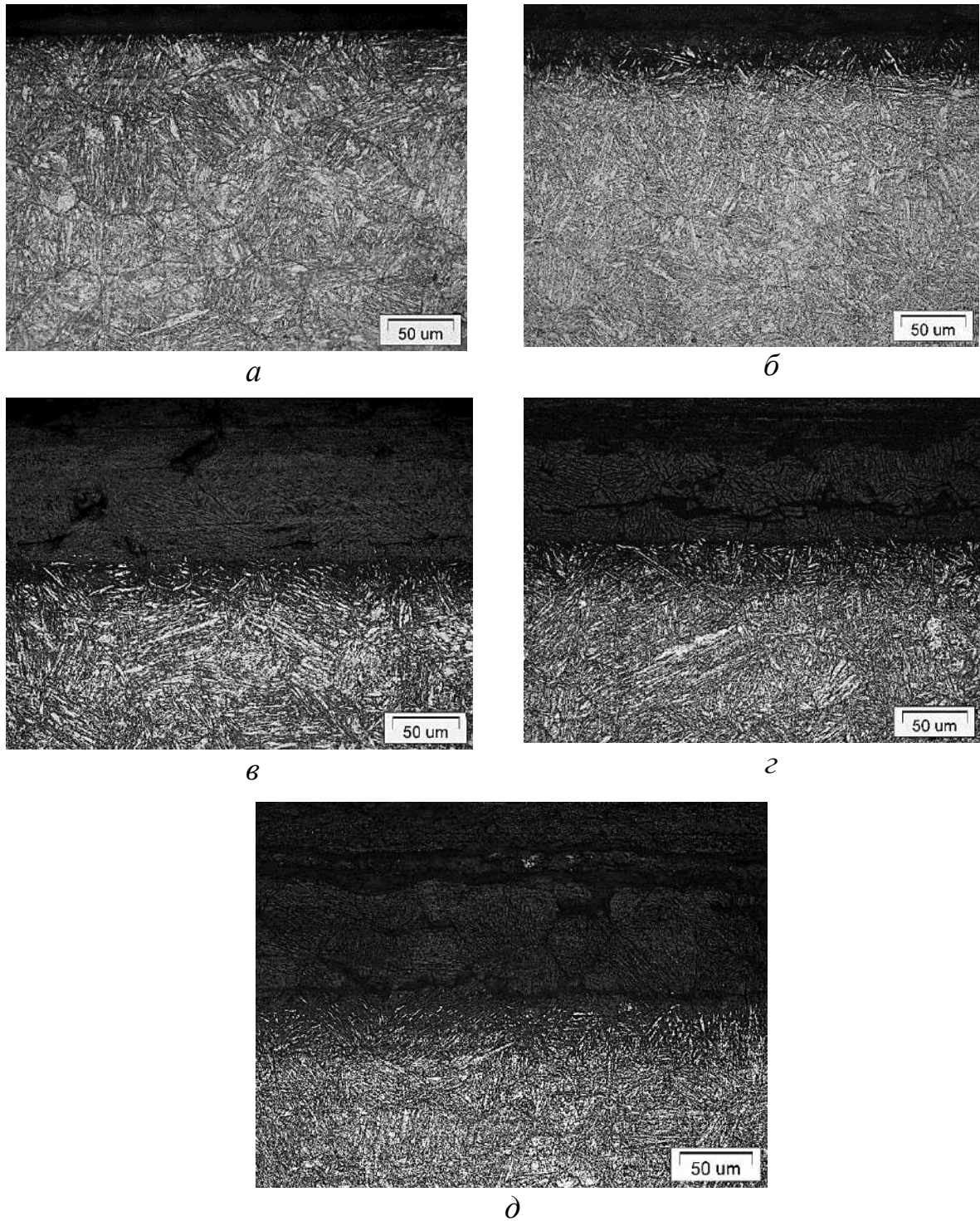


Рисунок 7.1 – Оптические снимки микроструктуры стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИА при различных составах газовой смеси при  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{ Па}$ :

а – 10%  $H_2$ ; б – 15%  $H_2$ ; в – 20%  $H_2$ ; г – 25%  $H_2$ ; д – 30%  $H_2$  [24]

На рисунке 7.2 приведены результаты оптических исследований микроструктуры поперечных шлифов образцов из стали марки 12X18H10T после ИА при различном содержании водорода в газовой среде.



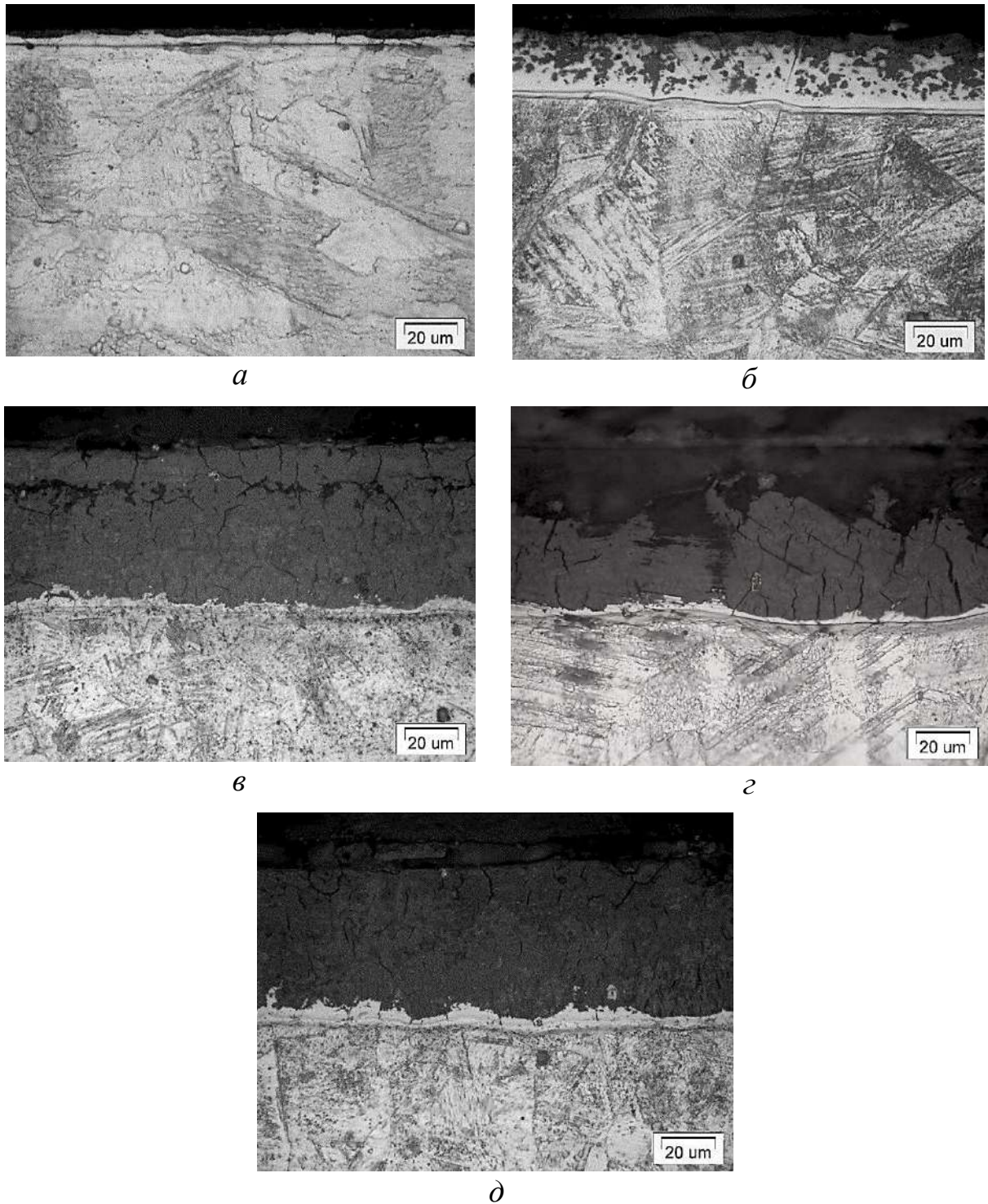


Рисунок 7.2 – Оптические снимки микроструктуры стали марки 12X18H10T после ИА при различных составах газовой смеси при  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{ Па}$ :

а – 10%  $H_2$ ; б – 15%  $H_2$ ; в – 20%  $H_2$ ; г – 25%  $H_2$ ; д – 30%  $H_2$  [24]

У стали марки 12X18H10T увеличение концентрации водорода свыше 15% так же приводит к появлению в структуре диффузионного слоя пористости, образованию микротрещин (транскристаллитное растрескивание)

и сколу острых кромок. Установлено для обеих сталей, что с увеличением содержания водорода в газовой смеси наблюдается рост толщины диффузионной зоны. Такое повышение скорости роста азотированного слоя вызвано химическим травлением оксидной пленки водородом, которая препятствует адсорбции атомов азота на поверхности образцов [24, 26].

Для более детального исследования морфологии структуры азотированного слоя были исследованы растровые изображения поперечных шлифов образцов из сталей марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T после ИА при различном содержании водорода в газовой смеси (рисунки 7.3, 7.4).

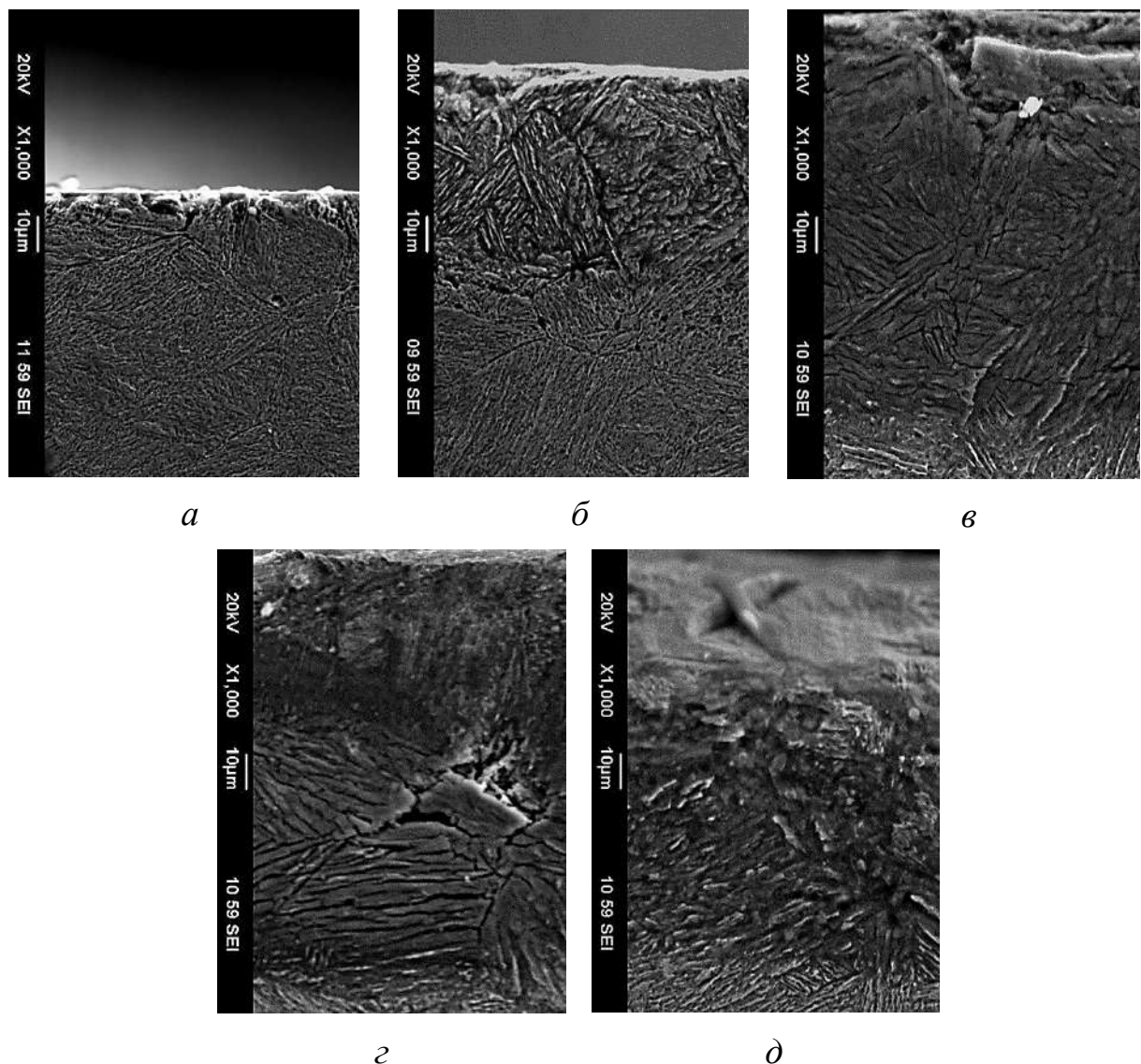


Рисунок 7.3 – Микроструктура стали марки 13X11H2B2MФ-Ш после ИА при различных составах газовой смеси при  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{ Па}$ : а – 10%  $H_2$ ; б – 15%  $H_2$ ; в – 20%  $H_2$ ; г – 25%  $H_2$ ; д – 30%  $H_2$  [24]

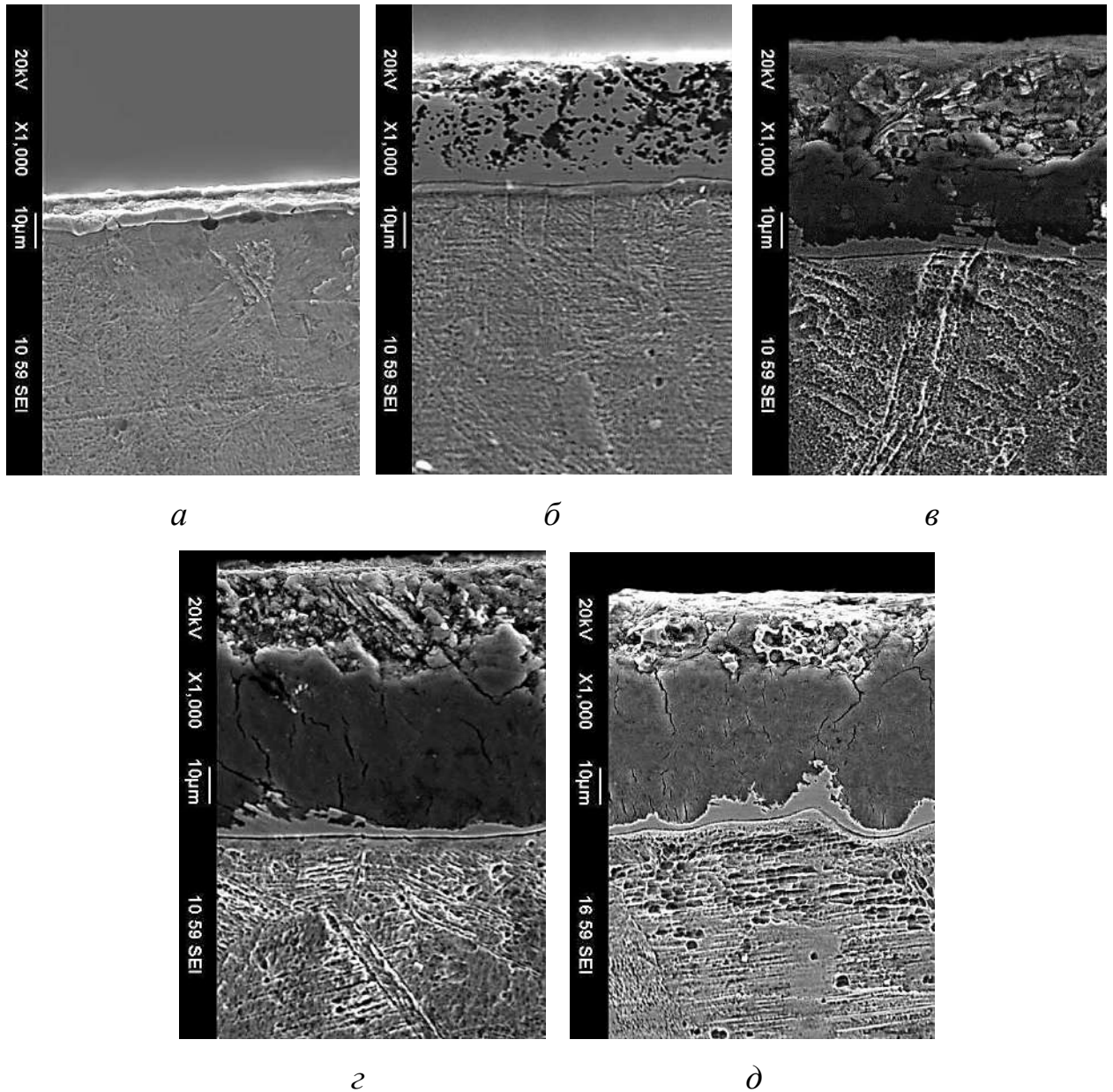


Рисунок 7.4 – Микроструктура стали марки 12X18N10Т после ИА при различных составах газовой смеси при  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{ Па}$ : а – 10%  $H_2$ ; б – 15%  $H_2$ ; в – 20%  $H_2$ ; г – 25%  $H_2$ ; д – 30%  $H_2$  [185]

Детальный анализ снимков микроструктур, сделанных оптической и растровой электронной микроскопией позволил условно разделить структуру материала в поперечном сечении после упрочнения на три зоны: I – зона внутреннего азотирования, II – переходная зона от азотированного слоя к основе материала, III – основа материала в исходном термообработанном состоянии. При увеличении содержания водорода от 20 до 30% у обеих сталей в области внутреннего азотирования присутствуют трещины и сколы. Наличие

трещин связано с высокой концентрацией водорода. Установлено, что в зависимости от содержания водорода в газовой смеси и класса стали морфология упрочненного слоя имеет существенные отличия [185].

У мартенситной стали (рисунок 7.3, г) интенсивное трещинообразование наблюдается при содержании водорода в газовой смеси от 25%, при этом сколы в приповерхностной области (I) носят локальный характер, по границам зерен наблюдаются трещины. У аустенитной стали (рисунок 7.4, в) интенсивное трещинообразование начинается при содержании водорода в газовой смеси от 20%, при этом на участках монотонного уменьшения твердости (I) наблюдаются трещины и сколы по всей области диффузионного слоя, что указывает на его хрупкость. Приведенные результаты исследований свидетельствуют об активном диффузионном насыщении образцов водородом при его содержании в газовой смеси свыше 15%. Отсутствие трещин и сколов в приповерхностном слое образцов, обработанных при содержании водорода до 15% указывает на низкую диффузию водорода вследствие низкой его концентрации [22, 23].

Влияние водорода на толщину упрочненного слоя при ИА устанавливали посредством измерения микротвердости в поперечном сечении образцов. На рисунках 7.5, 7.6 приведены распределения микротвердости по глубине диффузионной зоны для стали марок 13X11H2B2MФ-Ш (рисунок 7.5) и 12X18H10T (рисунок 7.6) после ИА в зависимости от содержания водорода в газовой смеси.

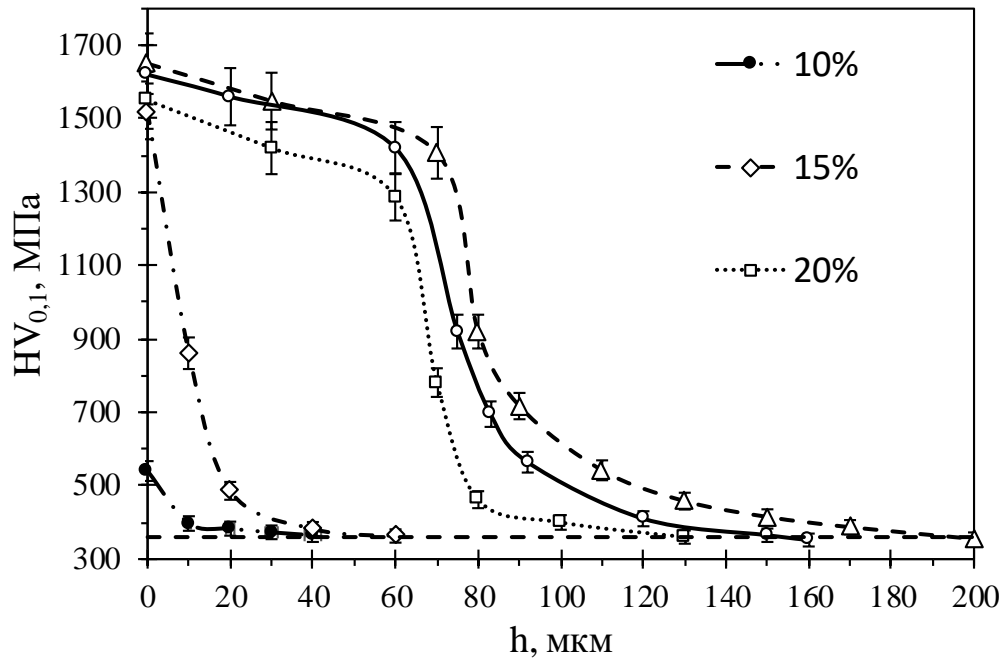


Рисунок 7.5 – Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны стали марки 13X11H2B2MF-III после ИА в зависимости от содержания водорода в газовой смеси [24]

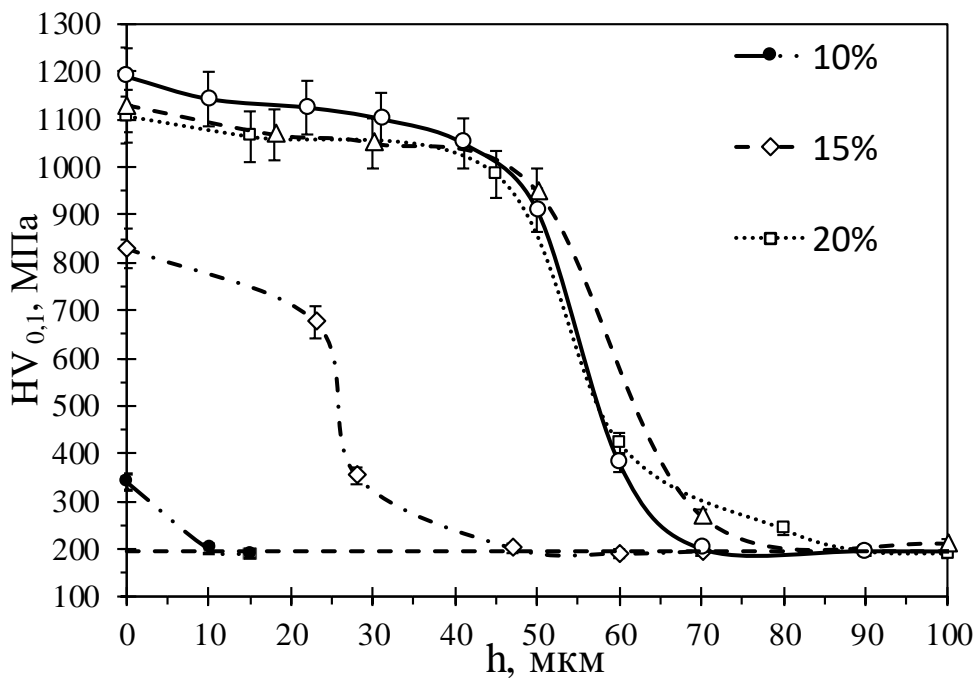


Рисунок 7.6 – Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны стали марки 12X18H10T после ИА в зависимости от содержания водорода в газовой смеси [24]



Анализ кривых измерения микротвердости показал корреляцию с результатами оптических изображений. Анализ результатов измерений показал условное наличие трех зон – I зона, на которой микротвердость монотонно уменьшается с увеличением расстояния от поверхности; II зона, с резким падением микротвердости с последующим плавным выравниванием до твердости основного материала (зона III). При сравнении зависимостей распределения микротвердости по глубине образцов установлено, что на мартенситной стали диффузионная область имеет более плавное снижение твердости и отсутствует резкая переходная область – II. Диффузионная зона в обрабатываемых материалах в зависимости от класса стали представляет собой твердый раствор азота в феррите ( $\alpha$ -фаза для мартенситной стали) или аустените ( $\gamma$ -фаза для аустенитной стали) [24, 26].

Для деталей пар трения, таких как зубчатые колеса, работающих в условиях знакопеременных нагрузок, при высоких контактных напряжениях, существенным являются не только высокие показатели твердости поверхностного слоя, но и характеристики пластичности [65, 75]. Для определения приемлемого количества содержания водорода в газовой смеси была проведена оценка хрупкости по методике ВИАМ (см. Глава 2).

На рисунке 7.7 представлена фотография отпечатка индентора на поперечном шлифе образца из стали марки 12X18H10T, прошедшего ИА в газовой смеси с содержанием водорода 20%  $H_2$ .

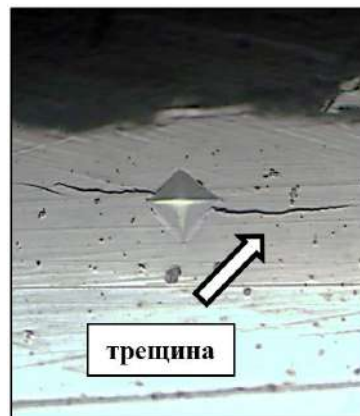


Рисунок 7.7 – Отпечаток индентора на поперечном сечении образца из стали марки 12X18H10T после ИА при 20%  $H_2$  [89]

Результаты оценки хрупкости азотированного слоя образцов сталей марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-Ш, прошедших ИА при различных составах газовой смеси показаны в таблице 3.4.

Таблица 7.2 – Результаты оценки хрупкости азотированного слоя

Содержание водорода в газовой смеси, %	Соответствие номеру группы отпечатков, согласно шкале ВИАМ	
	12X18H10T	13X11H2B2MФ-Ш
10	I	I
15	I	I
20	IV	IV
25	IV	IV
30	IV	IV

Таким образом, эффективное упрочнение поверхности сталей марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T происходит при содержании водорода в вакуумной камере до 15%. При данном составе газа достигается высокая скорость роста упрочненного слоя, при этом в приповерхностных слоях отсутствуют трещины и сколы, обусловленные водородной хрупкостью стали. При дальнейшем повышении содержания водорода до 30% микротвердость и хрупкость (IV группа по шкале ВИАМ) поверхности в сталях растет, что недопустимо для любых деталей машиностроения [24, 26].

На рисунке 7.8 приведены результаты оптических исследований микроструктуры поперечных шлифов образцов из стали марки 38ХМЮА после ИА при различном содержании водорода в газовой смеси.

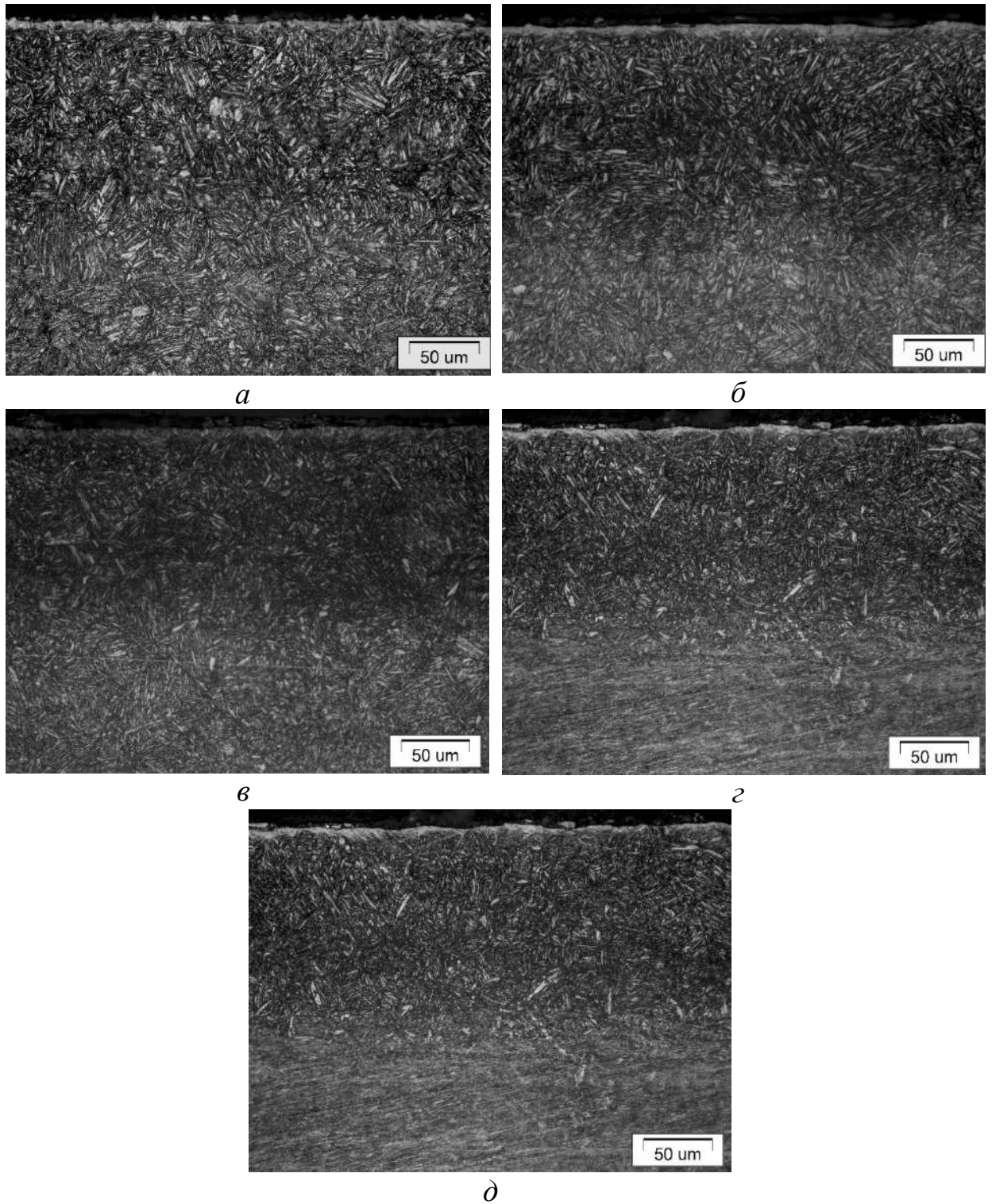


Рисунок 7.8 – Оптические снимки микроструктуры стали марки 38ХМЮА после ИА при различных составах газовой смеси  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{Па}$ :  
а – 10%  $\text{H}_2$ ; б – 15%  $\text{H}_2$ ; в – 20%  $\text{H}_2$ ; г – 25%  $\text{H}_2$ ; д – 30%  $\text{H}_2$  [24]



На рисунке 7.9 приведены результаты оптических исследований микроструктуры поперечных шлифов образцов из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ИА при различном содержании водорода в газовой смеси.

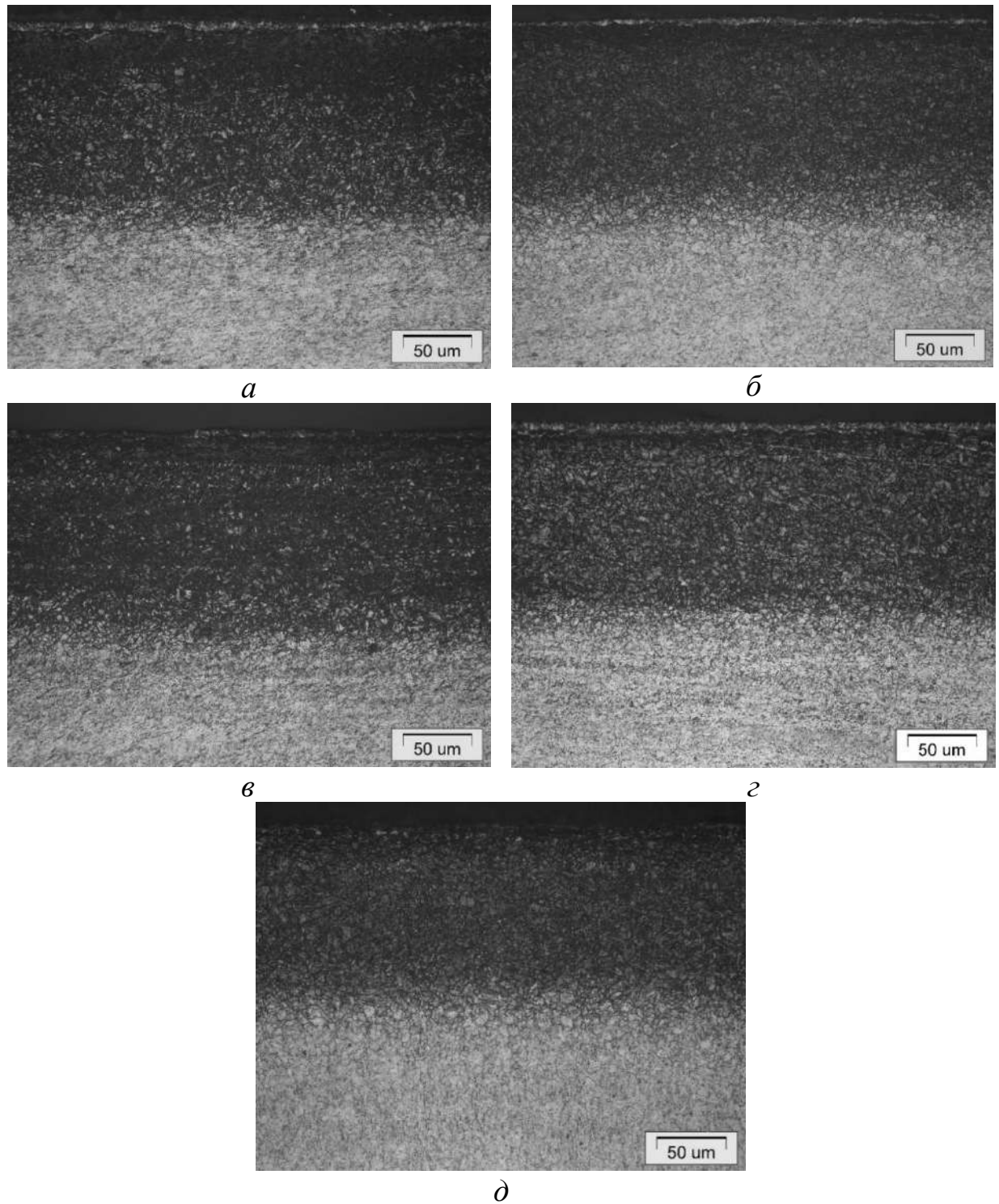


Рисунок 7.9 – Оптические снимки микроструктуры стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш после ИА при различных составах газовой смеси при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{Па}$ :

а – 10%  $\text{H}_2$ ; б – 15%  $\text{H}_2$ ; в – 20%  $\text{H}_2$ ; г – 25%  $\text{H}_2$ ; д – 30%  $\text{H}_2$  [24]

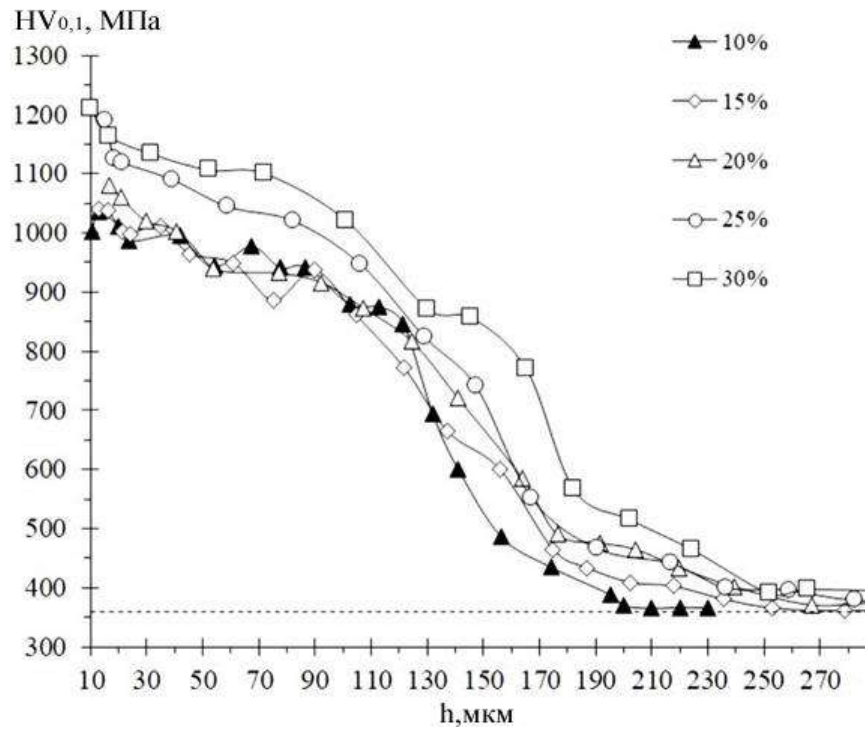


Рисунок 7.10 – Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны стали марки 38ХМЮА после ИА в зависимости от содержания водорода в газовой смеси [24]

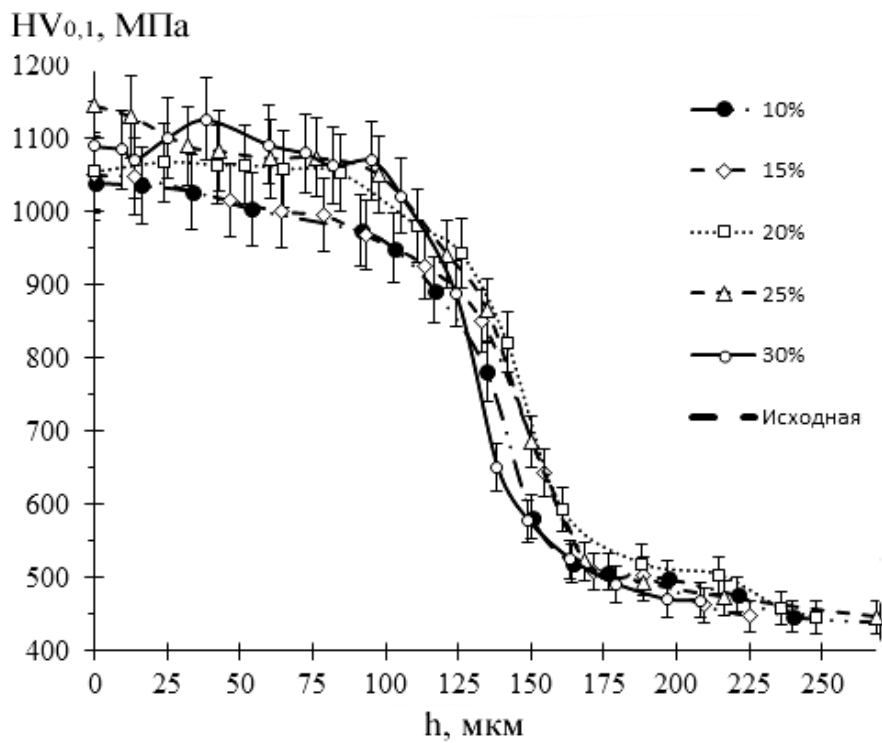


Рисунок 7.11 – Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны стали марки 16Х3НВФМБ-Ш после ИА в зависимости от содержания водорода в газовой смеси [24]

На рисунках 7.10, 7.11 представлены зависимости толщины упрочненного слоя от содержания водорода в рабочей газовой смеси для сталей 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш. Анализ графиков показал, что изменение содержания водорода в газовой смеси не сильно влияет на процесс интенсификации диффузии азота в материал и на характер распределения микротвердости по глубине диффузионного слоя.

## **7.2 Исследование влияния температуры процесса ионного азотирования на кинетику роста диффузионного слоя сталей**

Известно [56], что выбор температуры азотирования зависит от предшествующей ей термической обработки материала. На сегодняшний день температурный диапазон 400-550°C процесса ИА соответствует современному уровню развития техники, при котором достигается высокая стабильность физико-механических свойств поверхностного слоя обрабатываемых деталей. Также известно, что увеличение температуры ускоряет диффузионные процессы в сталях, однако вместе с тем увеличивается уровень деформации сложнопрофильных, длинномерных и ажурных деталей.

На рисунке 7.12 представлены результаты оптических исследований влияния температуры процесса ИО на микроструктуру поверхностного слоя стали 38ХМЮА.

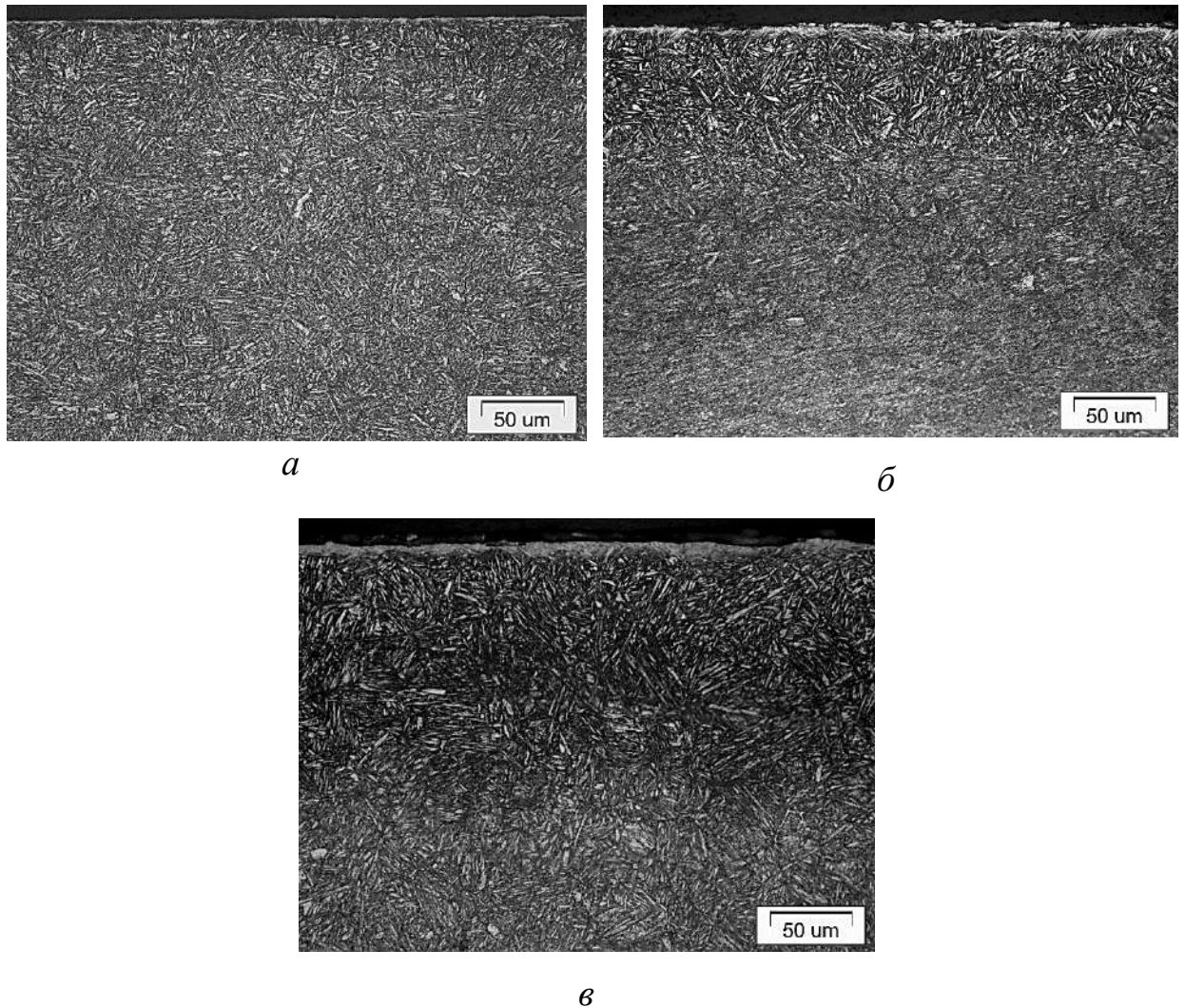


Рисунок 7.12 – Оптические снимки микроструктуры стали 38ХМЮА после ИА при  $P=60$  Па,  $t=5$  ч: а –  $450^{\circ}\text{C}$ ; б –  $500^{\circ}\text{C}$ ; в –  $550^{\circ}\text{C}$

Анализ результатов исследования влияния температуры ИА на изменение структуры поверхностного слоя конструкционной стали 38ХМЮА показал, что во всех случаях на поверхности образцов образуется сплошной слой высокоазотистой  $\epsilon$ -фазы, выявляемой под микроскопом в виде белого нетравящегося слоя. Область внутреннего азотирования находится в трехфазном состоянии  $\epsilon+\gamma'+\alpha$ . С увеличением температуры азотирования толщина зоны сплошных нитридов возрастает с  $\sim 2$  мкм при  $450^{\circ}\text{C}$  до  $\sim 7$  мкм при  $550^{\circ}\text{C}$ .

На рисунке 7.13 представлены результаты оптических исследований влияния температуры ИА на микроструктуру поверхностного слоя стали 16ХЗНВФМБ-Ш.

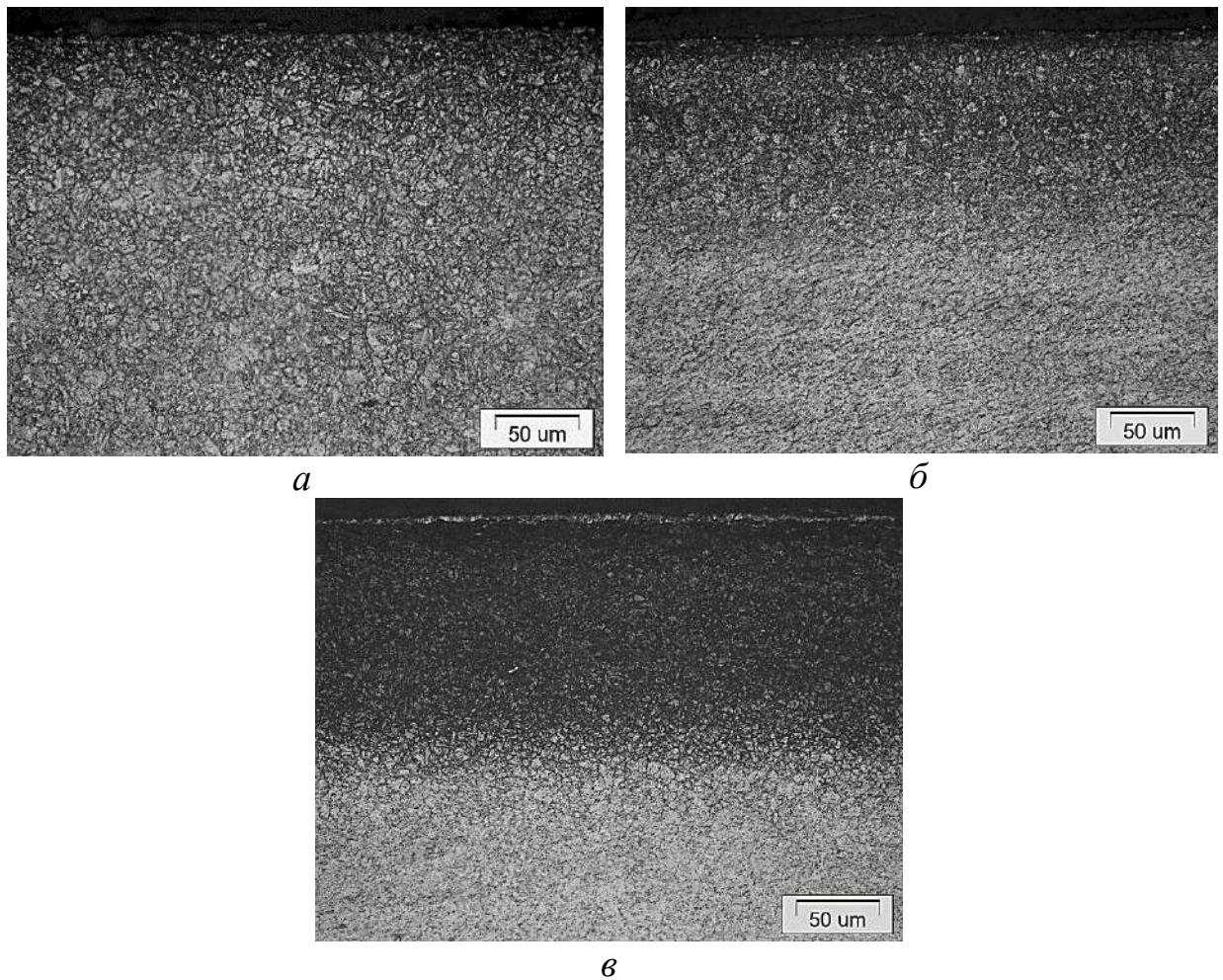


Рисунок 7.13 – Оптические снимки микроструктуры стали 16ХЗНВФМБ-Ш после ИА при  $P=60$  Па,  $t=5$  ч: а –  $450^{\circ}\text{C}$ ; б –  $500^{\circ}\text{C}$ ; в –  $550^{\circ}\text{C}$

Результаты исследования показывают, что, как и у стали 38ХМЮА температура обработки оказывает воздействие на толщину диффузионного слоя. С увеличением температуры ИА до  $550^{\circ}\text{C}$  на поверхности стали 16ХЗНВФМБ-Ш появляется тонкий слой  $\sim 2\text{-}3$  мкм сплошных нитридов. При более низких температурах белый слой не травящихся нитридов ( $\epsilon$ -фаза) обнаружить не удалось.



На рисунке 7.14 представлены результаты оптических исследований влияния температуры ИА на структуру поверхностного слоя стали 13X11H2B2MФ-Ш.

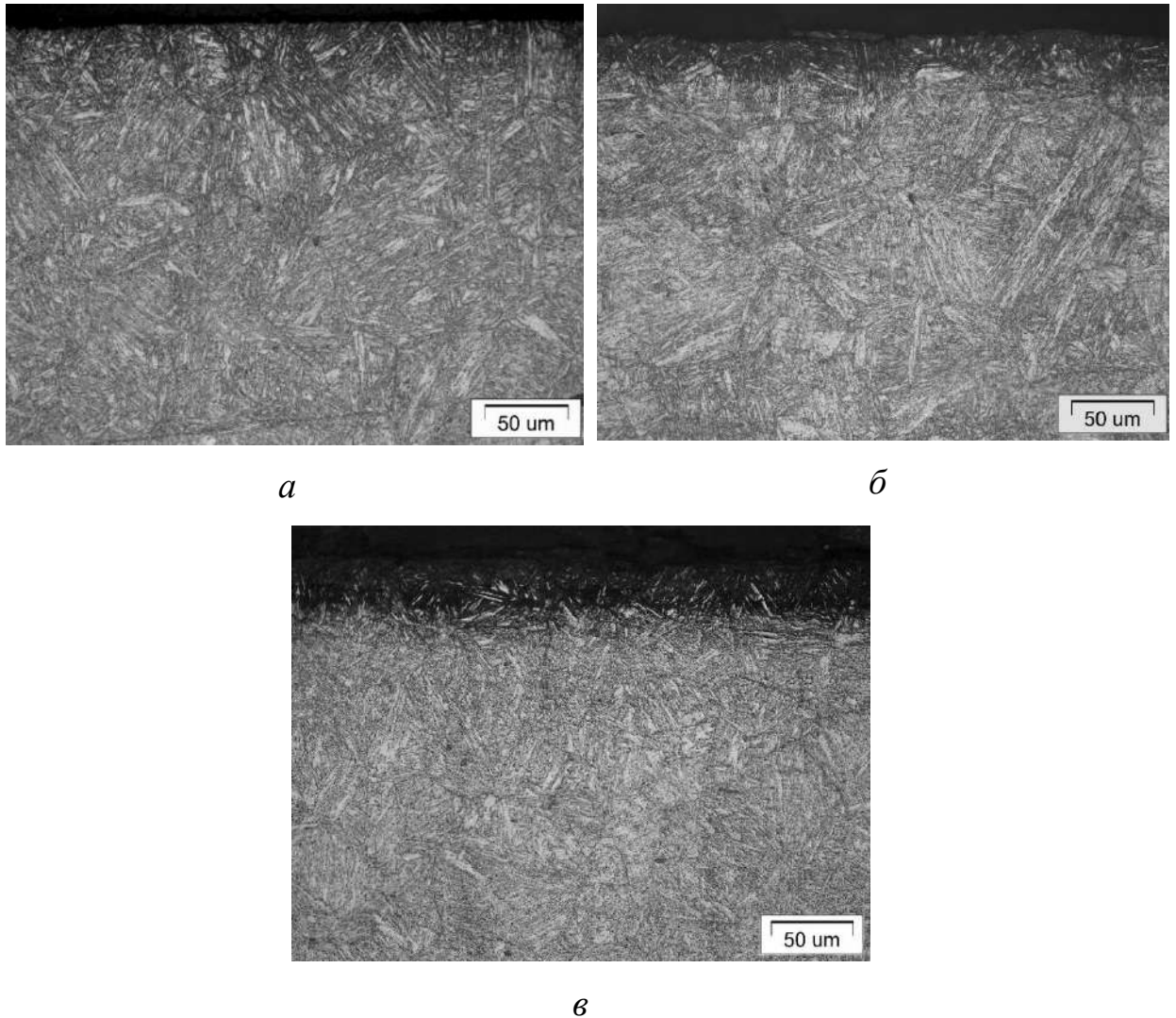


Рисунок 7.14 – Оптические снимки микроструктуры стали 13X11H2B2MФ-Ш после ИА при  $P=60$  Па,  $t=5$  ч: *a* – 450°C; *б* – 500°C; *в* – 550°C

На рисунке 7.15 представлены результаты оптических исследований влияния температуры ИА на структуру поверхностного слоя стали 12X18H10T.

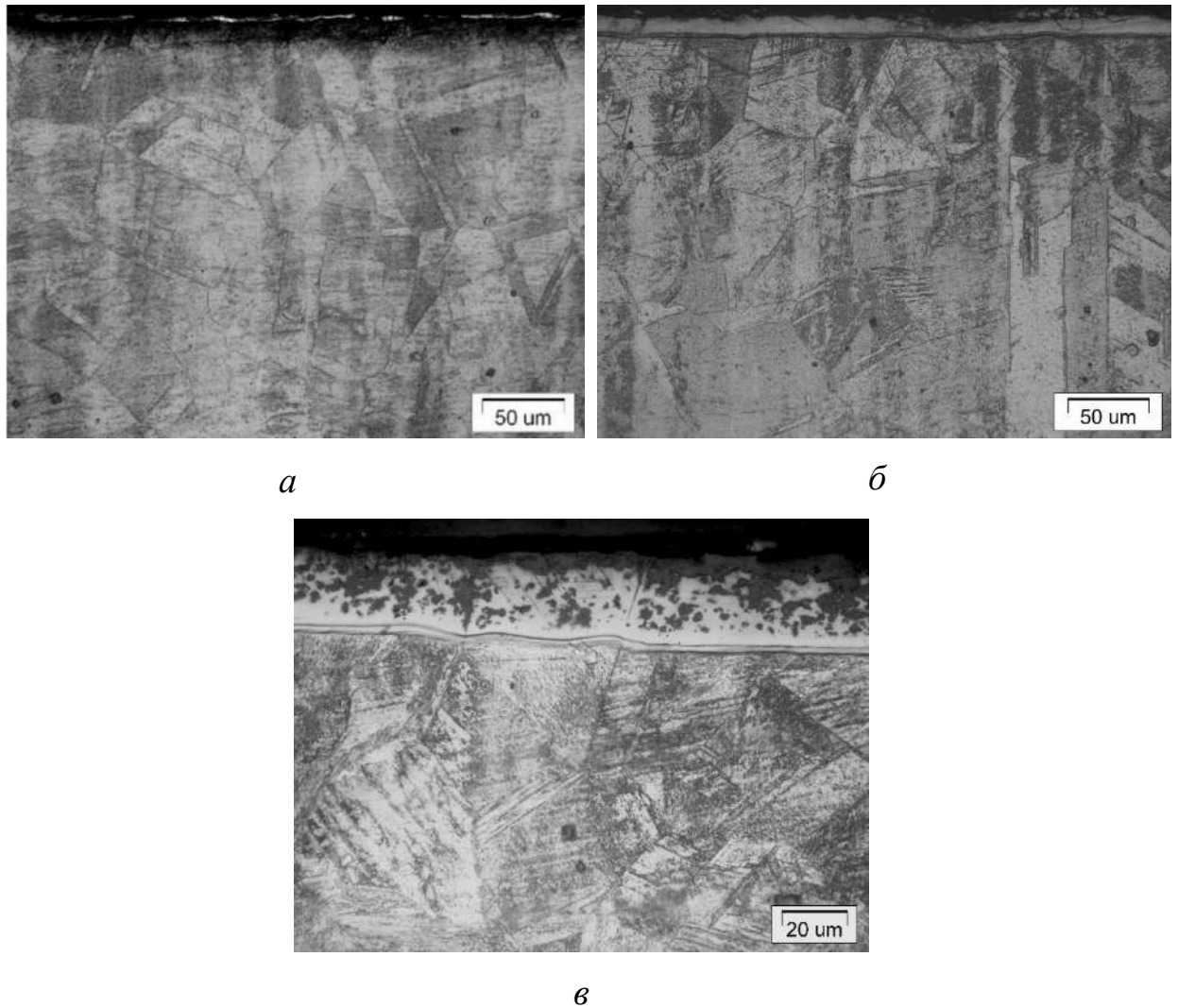


Рисунок 7.15 – Оптические снимки микроструктуры стали 12X18H10T после ИА при  $P=60$  Па,  $t=5$  ч: а –  $450^{\circ}\text{C}$ ; б –  $500^{\circ}\text{C}$ ; в –  $550^{\circ}\text{C}$

Известно [56], что при ионном азотировании стали 12X18H10T в диффузионном слое образуется фаза  $\gamma'$  –  $\text{Fe}_4\text{N}$ . По данным [167] при температуре ИА свыше  $480^{\circ}\text{C}$  начинают образовываться нитриды хрома в азотированном слое, когда как температура  $460^{\circ}\text{C}$  не приводит к образованию данного нитрида.

Результаты исследования влияния температуры ИА на изменение структуры поверхностного слоя конструкционных сталей мартенситного 16X3HВФМБ-Ш, 13X11H2B2MФ-Ш, перлитного 38XMЮА и аустенитного 12X18H10T классов показывают, что температура при ИА вносит

существенный вклад на скорость диффузионного насыщения диффундирующего элемента – азота вглубь материала.

На рисунке 7.16 представлен график изменения толщины диффузионного слоя в зависимости от температуры ИА для конструкционных сталей 16ХЗНВФМБ-Ш, 13Х11Н2В2МФ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т. График построен на основе данных измерения микротвердости по глубине диффузионного слоя образцов.

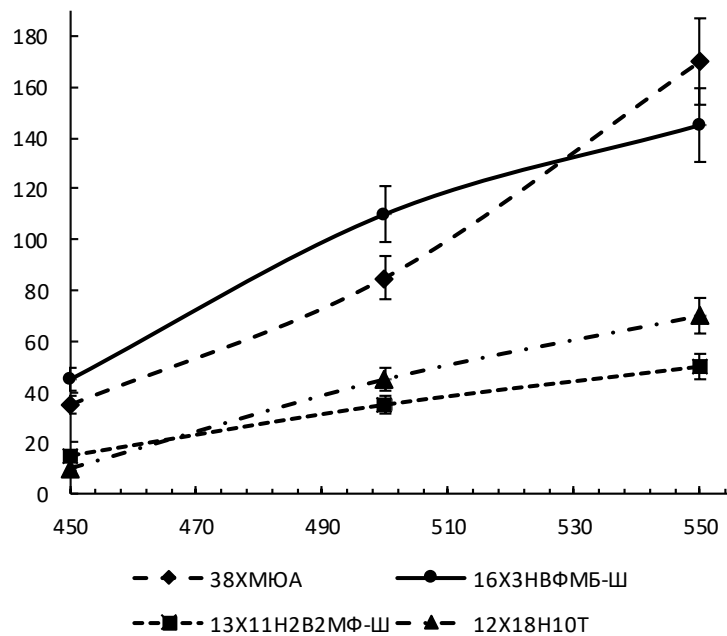


Рисунок 7.16 – Распределение толщины азотированного слоя от температуры ИА для сталей 16ХЗНВФМБ-Ш, 13Х11Н2В2МФ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т

Из графика видно, что при низких температурах ИА  $\sim 450^{\circ}\text{C}$  у высокопрочной комплексно-легированной стали мартенситного класса 16ХЗНВФМБ-Ш и специальной стали 38ХМЮА, содержащей элементы, дающие нитриды высокой термической устойчивости ( $\text{CrN}$ ,  $\text{MoN}$ ,  $\text{AlN}$ ) скорость диффузионного насыщения выше, чем у сталей 13Х11Н2В2МФ-Ш и 12Х18Н10Т до 3-х раз при соответствующих режимах и длительности обработки. По данным [167], снижение температуры ИА сталей до  $450^{\circ}\text{C}$  позволяет формировать высокопрочную фазу пересыщенного азотом твердого



раствора в диффузионном слое. С другой стороны, низкая температура подложки существенно снизит интенсивность диффузионного процесса, ограничивая производительность обработки. Поэтому главным условием качества и производительности ионного процесса является обработка детали при оптимальной температуре подложки.

Температуру ИА выбирают в зависимости от химического состава азотируемой стали, требуемой твердости поверхности, конструктивной жесткости изделий и установленного допуска на величину деформации при азотировании. Чем выше температура ИА, тем, при прочих равных условиях, больше толщина слоя, ниже твердость поверхности и больше деформация.

При выборе температуры ИА необходимо руководствоваться следующими рекомендациями. Температуру ИА ниже 500°C в настоящее время назначают для инструментов и деталей машин из инструментальных легированных сталей для холодной обработки, быстрорежущих и мартенситно-стабилизирующих сталей, поскольку при таких температурах происходит значительное повышение эксплуатационных свойств и твердости поверхности материала. Если коробление детали должно быть минимальным ( $\leq 0,05$  мм/м), то при условии оптимального режима отпуска для снятия напряжений ИА следует проводить при 500-520°C. Если длительность обработки не слишком велика, например, меньше 16 часов, то обусловленное ИА увеличение объема («припухание»), представляющее собой меру изменения размеров, может быть ограничено величиной в пределах  $\sim 10$  мкм. Если требования к точности размеров не столь жестки, то ИА следует проводить при 520-540°C, что диктуется экономической целесообразностью. По мере повышения температуры ИА в пределах 550-580°C толщина нитридного  $\epsilon$ -слоя может превышать 10 мкм. Из литературы известно лишь немного сведений об ИА при температурах выше 590°C.

Известно [99], что длительное воздействие высоких температур приводит к деградации УМЗ и НК структур и, как следствие, снижению физико-механических свойств материала. Следовательно, ИА деталей машин

и механизмов из конструкционных сталей с УМЗ и НК структурами необходимо проводить в области низких температур ( $\sim 450^\circ\text{C}$ ), обеспечивающих их термическую стабильность.

### **7.3 Особенности подготовки заготовок перед операцией локального ионного азотирования**

Эффективность процесса ЛИА зависит от качества предварительной подготовки поверхности заготовок. Процесс подготовки заготовок перед операцией ЛИА обуславливается состоянием поверхности поступающих для упрочнения деталей и требований чертежа детали, предъявляемых к поверхности готовых изделий. Поверхность заготовок должна быть очищена от оксидных пленок, следов органики и других загрязнений, оставшихся после механической обработки. Поэтому процесс предварительной подготовки заготовок делят на 2 этапа: 1 этап заключается в подготовке заготовок до загрузки в рабочую вакуумную камеру, 2 этап заключается в ионной очистке поверхности заготовок в вакуумной камере.

Детали на участок ХТО должны поступать предварительно термообработанными с целью обеспечения высоких физико-механических свойств основы материала и подготовки структуры для дальнейшего ИА. При этом для сохранения исходной структуры термообработка должна проходить при температурах не ниже температуры процесса ИА. Рекомендуется назначать температуру ИА на  $30\text{-}50^\circ\text{C}$  ниже, чем температура предварительного отпуска. Поэтому при выборе метода ХТО по критерию минимальной деформации предпочтение отдают низкотемпературному ИА.

Поскольку процесс ИА в ТП является завершающей операцией, заготовки после термообработки должны поступать на участок с окончательными размерами, предварительно пройдя традиционные методы механической обработки, включая шлифовку и полировку поверхности

заготовок. Механическая обработка после операции ИА приводит к неравномерному удалению высокоазотистых фаз диффузионного слоя, что приводит к ухудшению качества поверхности деталей и ее механических и эксплуатационных свойств. В некоторых случаях, для высокоточных деталей после операции ЛИА может следовать шлифование и доводка, а также полировка для получения блестящей поверхности.

В некоторых случаях с целью создания в поверхностном слое кристаллической структуры, благоприятной для протекания диффузионных процессов при ХТО, а также для низкотемпературного ИА применяют дробеструйную и пескоструйную обработки, поверхностную пластическую деформацию и другие методы, позволяющие создать на поверхности материала многочисленные несовершенства строения решетки, формировать высокую плотность дефектов и мелкозернистую структуру.

Следующая группа операций предназначена для очистки поверхности заготовок от мелких частиц, пылинок и органических загрязнений (следов масла, эмульсии), включающая очистку в ультразвуковой ванне в среде дистиллированной воды, спирта, ацетона марки «Ч», «ХЧ», «ЧДА» (ГОСТ 2603-79), растворителях МЛ-51, МЛ-52 (ТУ 84-228-71), КМ-1 (ТУ 38-10706-76), бензина Нефрас.

Вся технологическая оснастка перед ИА обдувается белым электрокорундом 25А 10 П (ГОСТ 28818-90) при давлении 0,08-0,1 МПа. Цвет технологической оснастки после операции обдувки – матовый. Все последующие операции с обезжиренными деталями и очищенной оснасткой производятся с хлопчатобумажными перчатками (ГОСТ 5007-87).

После сборки деталей в оснастку и загрузки в рабочую вакуумную камеру наступает этап ионной очистки поверхности заготовок, заключающийся в нагреве деталей при пониженном давлении и бомбардировке их ионами аргона или смеси аргона и водорода и др. Необходимость ионной очистки поверхности заготовок вызвана естественным присутствием на поверхности деталей окисной пленки, которая создает барьер

и препятствует проникновению диффундирующего элемента вглубь материала.

Для удаления кислорода из рабочей вакуумной камеры выполняют операцию 3-кратной продувки инертным газом аргоном, заключающейся в откачке вакуумной камеры до давления 6-8 Па и последующим заполнением аргоном до давления 1330 Па. С целью удаления остаточного кислорода в вакуумной камере в газовую смесь добавляют водород. Бомбардировка ионами водорода поверхности материала позволяет удалить окислы только путем химического травления (восстановления) из-за высокой своей химической активности и малой массы, когда как бомбардировка ионами аргона позволяет использовать механизм ионного распыления ввиду своих высоких массовых характеристик и инертности. В течение всего процесса ионной очистки (10-15 мин.) контролируется температура деталей в садке, которая не должна превышать 250°C.

Для локальной защиты поверхности обрабатываемых заготовок от диффузионного насыщения при серийном или массовом производстве применяют различные экраны в виде труб, штифтов и др., плотно прилегающие к защищаемой от азотирования поверхности (максимальный зазор может достигать 1 мм). Еще одним эффективным способом защиты от упрочнения является гальваническое лужение (температура плавления 232°C) толщиной не более 15 мкм во избежание перетекания на азотируемую поверхность. Одним из экономически эффективных методов защиты поверхности от азотирования является нанесение жидкого стекла (2 слоя) толщиной не более 2 мм во избежание смещения и нарушения границ азотируемой поверхности.

#### **7.4 Разработанные новые технологические процессы локального ионного азотирования**

Впервые разработанные способы ЛИА с ПК (патенты №2534906, №2534907), ЛИА в МП (патенты №2640703, №2654161), создания макронеоднородной структуры при ИА (патенты №2534907, №2664106, №2662518), а также способы, повышающие эффективность ИА конструкционных материалов (патенты №2558320, №2562187, №2562185, №2687616) легли в основу разработанных ТП ЛИА, позволяющих обрабатывать участки деталей машин и механизмов, подверженных интенсивному износу; упрочнять детали, подверженные короблению, за счет снижения тепловой нагрузки; 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 сложных приспособлений, а также сравнительно невысокой стоимости оборудования (Приложение В).

Совокупность полученных экспериментальных и теоретических результатов, разработанные патенты и технологические рекомендации позволили в рамках диссертационной работы разработать новый ТП ЛИА с ПК детали «Шестерня» из конструкционной стали мартенситного класса 16ХЗНВФМБ-Ш, производимой на предприятии ПАО «ОДК-УМПО», производителя турбореактивных авиационных двигателей, газоперекачивающих агрегатов и узлов вертолетной техники. Данная деталь входит в центральный привод, который предназначен для передачи крутящего момента в маслоагрегат. В процессе эксплуатации смазка и охлаждение детали производится маслом, поступающим из коробки приводов (Приложение Г).



Рисунок 7.17 – Фотография внешнего вида детали «Шестерня» перед операцией ЛИА

Деталь имеет наружный зубчатый венец и внутренние шлицы на валу для передачи крутящего момента от рессоры привода к маслоагрегату, а также места посадки под подшипники на валу. Особенностью данной детали является отличие в требованиях к азотированному слою на участках поверхности зубчатого венца, мест посадки под подшипник и внутренних шлицев на валу. Согласно технической документации толщина азотированного слоя на участках поверхности зубчатого венца и мест посадки под подшипник должна составлять в диапазоне 0,15...0,2 мм, а внутренних шлицев – 0,1...0,15 мм. Допускается азотирование впадин зубьев на глубину 0,1...0,2 мм, впадин шлиц на глубину 0,08...0,15 мм. Остальные поверхности необходимо предохранить от азотирования. Твердость азотированной поверхности должна составлять  $\geq 89 \text{ HRN}_{15}$ .

Для получения результатов, удовлетворяющих требованиям конструкторской документации в базовом заводском технологическом процессе операция ИА проходит в две вакуумные технологические садки с применением экранов для защиты поверхностей и технологических припусков. Это приводит к значительному увеличению основного и вспомогательного времени, а также увеличению себестоимости изготовления детали.

В рамках диссертационной работы был разработан новый ТП ЛИА с ПК детали «Шестерня», позволяющий реализовать процесс ИА за одну вакуумную технологическую садку и получить результаты, удовлетворяющие требованиям конструкторской документации.

Разработке технологии ЛИА с ПК предшествовало моделирование процесса с использованием модуля для расчета параметров плазмы газовых разрядов МКЭ.

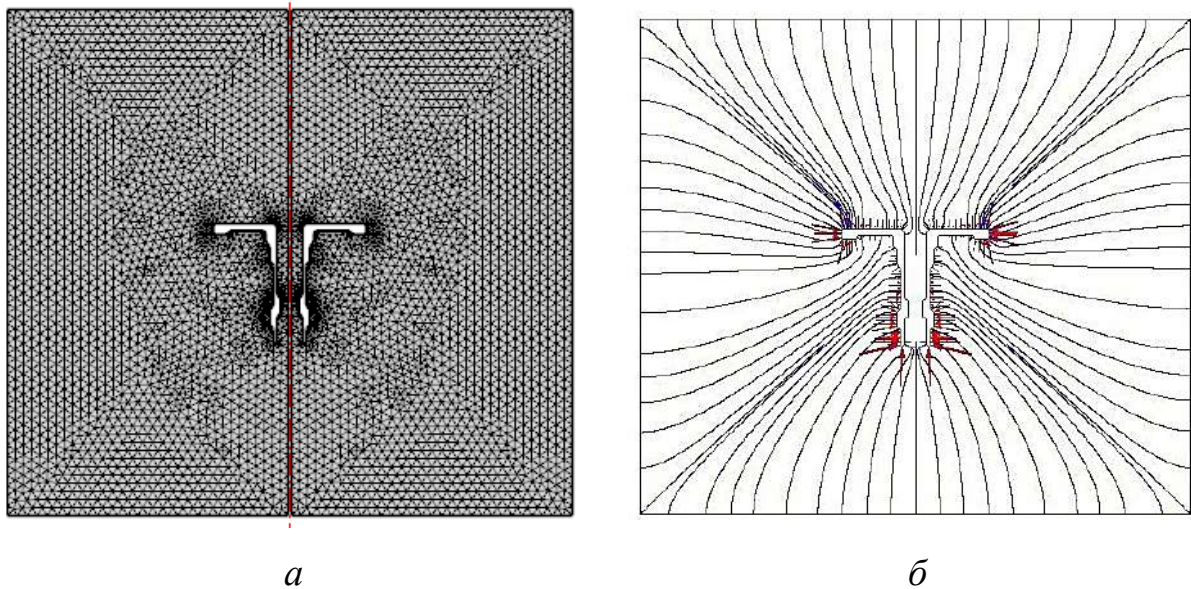


Рисунок 7.18 – Разбиение на элементы (а) и распределение силовых линий и вектора напряженности электрического поля (б) детали шестерня при ЛИА с ПК

На рисунке 7.18 представлена схема разбиения исследуемой области на конечное число элементов и распределения силовых линий, а также вектора напряженности электрического поля детали шестерня при ЛИА с ПК. Замечено, что силовые линии сгущаются в области зубьев у шестерни. Сильное электрическое поле в этих областях способствует ускорению электронов, вследствие этого возрастает число соударений частиц и ионизационная способность электронов. По этой причине в области зубьев у шестерни наблюдается максимум концентрации электронов.

В результате компьютерного моделирования были также получены распределения концентрации электронов и ионов в ТР при напряжении  $\sim 500$  В (рисунок 7.19).

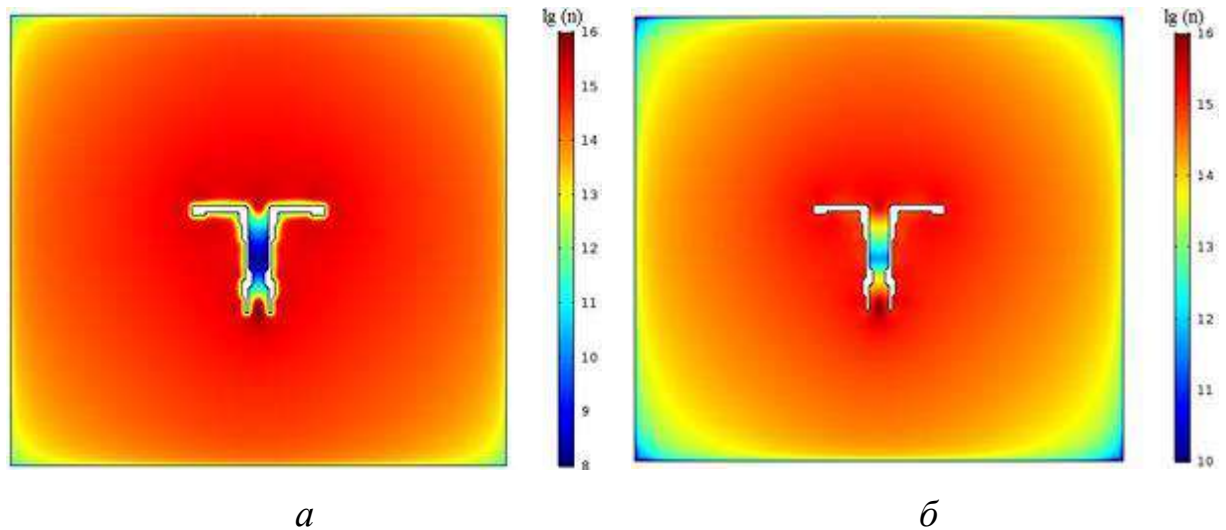


Рисунок 7.19 – Теоретическое распределение концентрации электронов (а) и ионов (б) в детали шестерня при ЛИА с ПК при напряжении разряда 500 В

В результате моделирования установлено, что у катодной области плотность электронов составляет  $10^{11}$ - $10^{12}$  м<sup>-3</sup>, это объясняется ускорением электронов, эмитируемых с катода, под действием сильного электрического поля. Глубина проникновения ионов в центральном отверстии шестерни, диаметр которого –  $d = 11$  мм, составляет 2-2,5d.

С учетом результатов моделирования был разработан ТП ЛИА с ПК, который состоит из следующих основных этапов:

- подготовка технологической оснастки и обрабатываемых заготовок (описан в главе 7.3 диссертационной работы);
- сборка заготовок в технологическую оснастку, загрузка в рабочую камеру и последующее вакуумирование;
- ионная очистка в ТР в режиме катодного распыления;
- процесс ЛИА с ПК.



Для ТП ЛИА с ПК была разработана многоразовая технологическая оснастка из стали марки 12Х18Н10Т (рисунок 7.20).

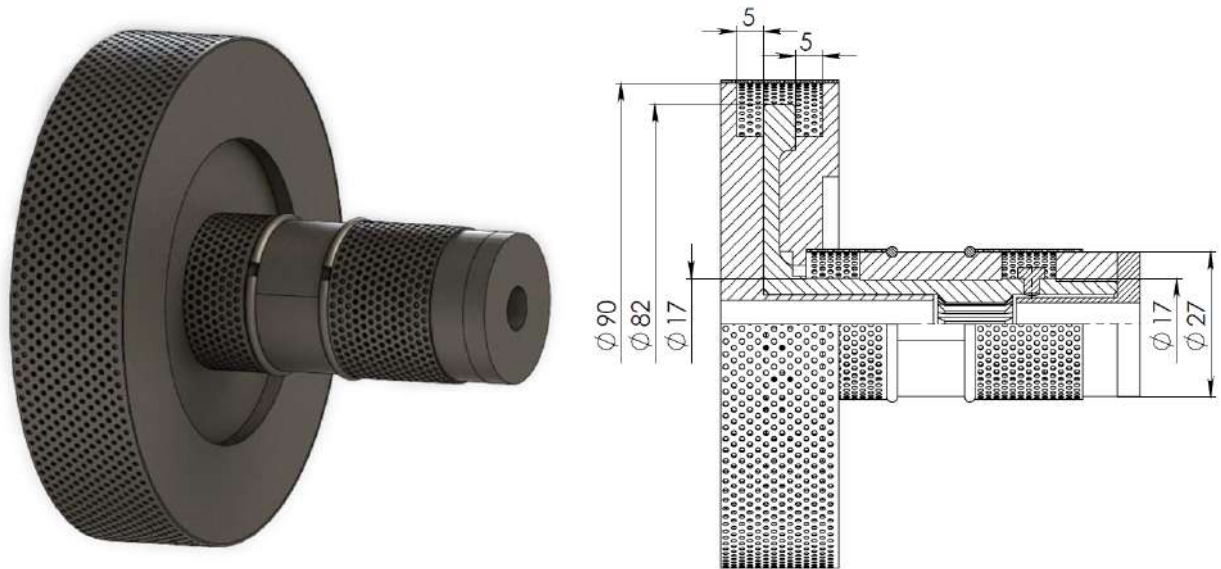


Рисунок 7.20 – Технологическая оснастка для реализации ТП ЛИА с ПК

Для создания ПК и реализации ЛИА на участках зубчатого венца и мест под посадку подшипников в технологической оснастке имеются перфорированные экраны, расположенные на расстоянии 5 мм от поверхности. Сборка заготовок в технологическую оснастку производится в течение суток до операции ЛИА с ПК. Разъемные детали приспособлений должны плотно прилегать к поверхности заготовки, собираться по линии разъема с зазором не более 0,2 мм и стягиваться стопорными кольцами (рисунок 7.20). Собранные в технологическую оснастку детали расположить в вакуумной камере равномерно с целью выравнивания температурного поля в процессе ЛИА с ПК. Расстояние между деталями должно быть не менее 20 мм, а между деталями и корпусом камеры – не менее 60 мм. К партии деталей из 10 штук прикладывается деталь-образец.

Перед ионной очисткой после загрузки деталей в вакуумную камеру с целью удаления остаточного кислорода рабочую камеру 3-кратно продувают инертным газом – аргоном путем откачки воздуха до 6-8 Па и последующим

напуском аргона до 1330 Па, как показано на блок-схеме ТП ЛИА с ПК (рисунок 7.21).

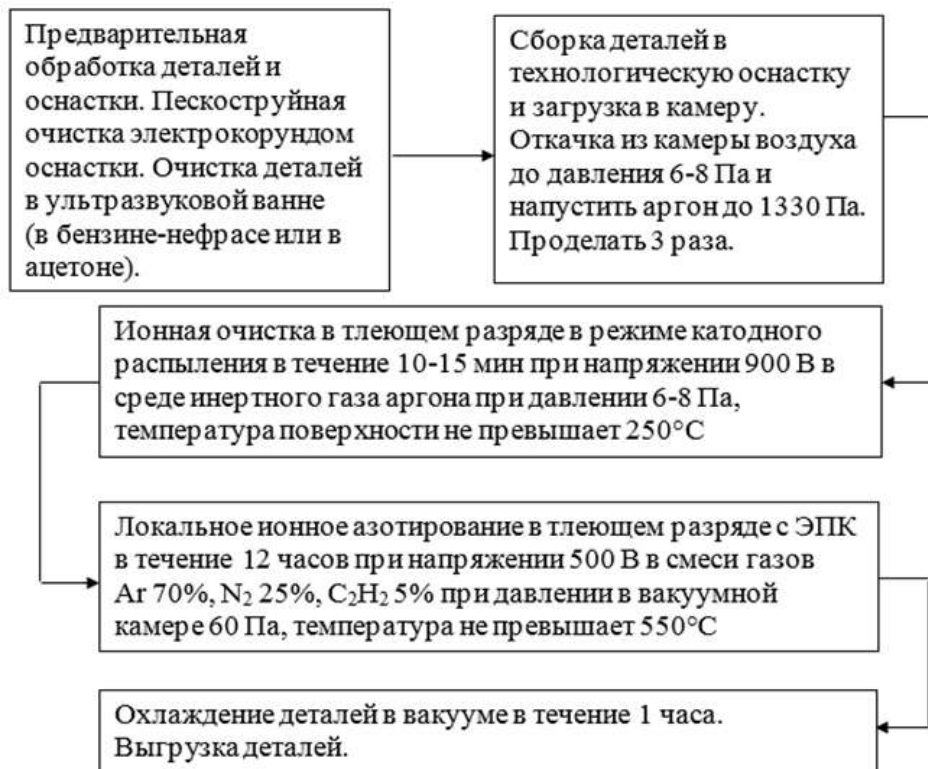


Рисунок 7.21 – Блок-схема ТП ЛИА с ПК детали «Шестерня» (Приложение Е)

В течение всего процесса ионной очистки (10-15 мин) контролируется температура деталей в садке, которая не должна превышать 250°C.

Процесс ЛИА с ПК проводят при  $U = 500$  В,  $P = 60$  Па,  $t = 12$  ч в многокомпонентной газовой смеси с соотношением 70% Ar, 25% N<sub>2</sub>, 5% C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>. В процессе ИА температура садки не превышает 550°C (ограничивается предварительной термической обработкой) и достигается в течение 30 мин. После изотермической выдержки детали охлаждаются до комнатной температуры под вакуумом в течение 1 часа.

В течение всего процесса ИА непрерывно контролируются следующие технологические параметры: температура садки  $T$  – с помощью термопары и оптического пирометра; рабочее давление  $P$  – прибором, работающим на принципе теплопроводности отработанных газов; состав многокомпонентной газовой смеси – регулятором расхода газов, а также электрические параметры ТР.

В разработанном ТП операция ЛИА с ПК является окончательной, поэтому допускается только полирование острых кромок по вершинам зубьев R 0,1-0,3 мм. После ЛИА с ПК визуальным осмотром проверяются риски, трещины и другие механические повреждения на обрабатываемых поверхностях.

На рисунке 7.22 пунктиром показаны места замера твердости в детали.

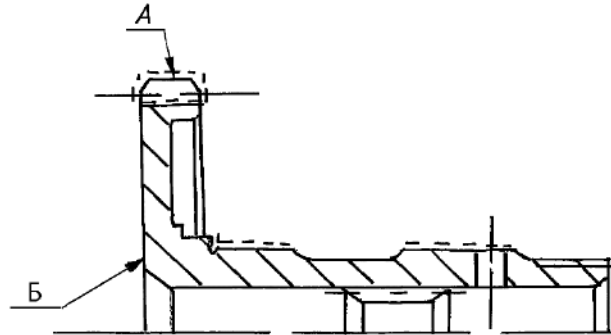


Рисунок 7.22 – Место испытания твердости

Значения твердости детали «Шестерня» после операции ЛИА с ПК приведены в таблице 7.3.

Таблица 7.3 – Контроль твердости детали «Шестерня» после ЛИА с ПК

Участок измерения твердости	Допустимые значения	Фактическое значение
Твердость сердцевины (Б)	30...40,5 HRC	36 HRC
Твердость азотированных поверхностей (А)	$\geq 89\text{HRN}15$	95HRN15

На рисунке 7.23 показана фотография зуба детали «Шестерня» после ЛИА с ПК.

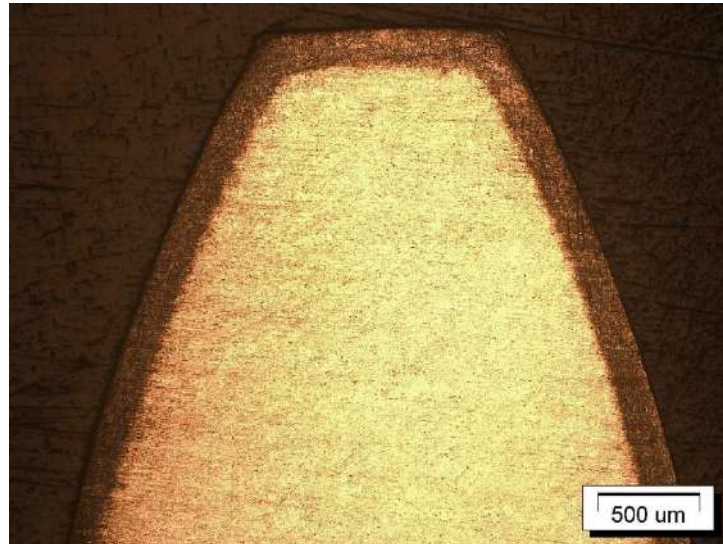


Рисунок 7.23 – Фотография зуба после операции ЛИА с ПК детали «Шестерня»

Выходной контроль детали «Шестерня», обработанной по технологии ЛИА с ПК показал, что все контролируемые размеры и параметры находятся в пределах допусков и соответствуют требованиям конструкторской документации. Следует отметить равномерность азотированного слоя по длине профиля зуба. Таким образом, предложенный ТП ЛИА с ПК позволил произвести обработку за одну технологическую вакуумную садку, сократив длительность обработки до 12 ч, что показало экономическую эффективность и целесообразность применения предложенной технологии упрочнения детали «Шестерня».

Совокупность полученных экспериментальных и теоретических результатов исследования влияния деформационного измельчения структуры материала на физико-механические и эксплуатационные характеристики упрочненного слоя при ИА, разработанный патент РФ №2664106, а также технологические рекомендации позволили в рамках диссертационной работы разработать новый ТП низкотемпературного ЛИА детали «Шток» из конструкционной стали аустенитного класса марки 12Х18Н10Т, производимой научно-производственной фирмой «Пакер» г. Октябрьский (Приложение Г).

Деталь «Шток» является элементом внутрискважинного пакерно-якорного оборудования, предназначенного для гидроизоляции пластов. Деталь работает в скважине в условиях знакопеременных растягивающих и сжимающих осевых нагрузок в агрессивной скважинной среде.

Конструктивно деталь «Шток» представляет собой (рисунок 7.24) трубу с выступами, на концах которой выполнена наружная и внутренняя резьба для крепления колонны насосно-компрессорных труб. На наружной поверхности детали имеется фигурный паз – «кодовый замок» для управления процессом активации и деактивации пакерно-якорного оборудования. По фигурному пазу в течение всего времени спускоподъемной операции двигается ответная деталь – штифт, что приводит к износу трущихся поверхностей локального участка – поверхности «кодового замка». Опасным сечением в детали является сечение на участке «кодового замка».

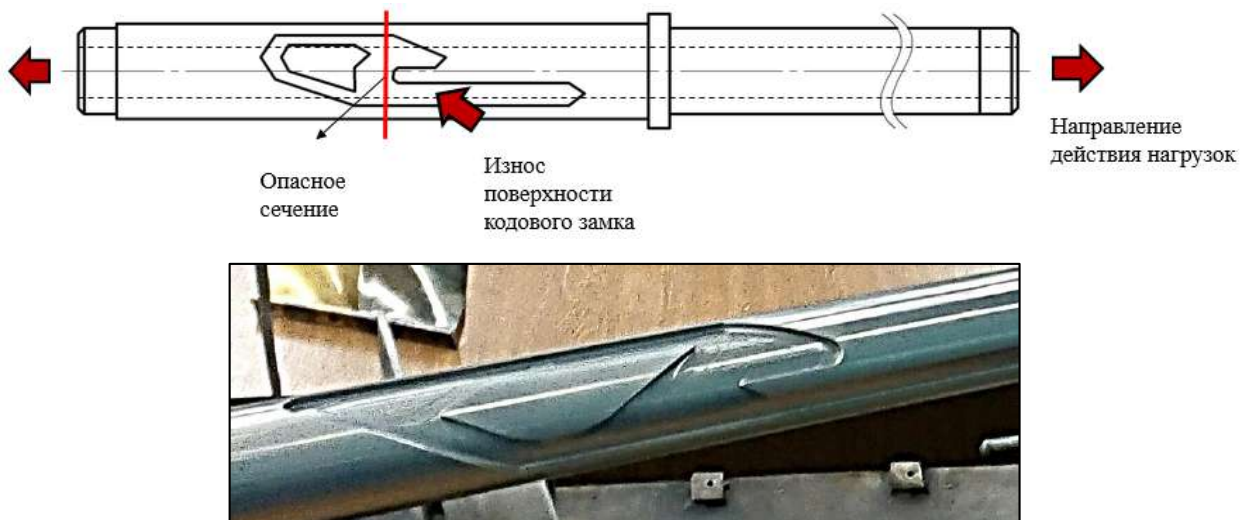


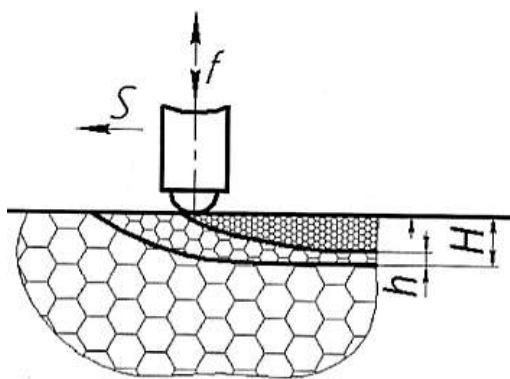
Рисунок 7.24 – Эскиз и фото детали «Шток»

В базовом технологическом процессе предприятия длинномерная деталь «Шток» подвергалась термической обработке, после которой деталь изменяла геометрическую форму вследствие коробления, вызванного внутренними напряжениями. Последующие фрезерные операции по получению фигурного паза на наружной поверхности детали также усугубляют данную проблему, вследствие возникновения концентраторов напряжений и неравномерности

толщины стенок детали. Для устранения деформации на предприятии была введена дополнительная слесарная операция по правке детали после термообработки – рихтовка.

С целью уменьшения уровня деформации детали были предприняты попытки смягчения режимов термообработки с последующим ИА при температуре 450 °С для получения твердой и износостойкой поверхности. Однако снижение температуры процесса ИА ниже значения 500 °С приводит к значительному увеличению длительности обработки (до 6 раз) и является экономически нецелесообразным.

В разработанном новом ТП предлагается проводить низкотемпературную при 450°С ЛИА путем деформационного измельчения структуры (рисунок 7.25, а) на локальных участках детали (патент РФ №2664106). В результате холодной механической обработки происходит интенсификация процесса диффузионного насыщения на локальных участках при ИА, вследствие деформации кристаллической решетки, создающая дефекты кристаллической решетки. Посредством данной обработки на рабочих участках поверхности формируется измельченная структура (рисунок 7.25, б).



а)



б)

Рисунок 7.25 – Схема деформационной обработки (а) с получением измельченной структуры материала (б)



Таким образом, ТП низкотемпературного ЛИА с предварительным деформационным измельчением структуры на рабочих поверхностях детали «Шток» можно представить в виде следующей блок-схемы (рисунок 7.26).

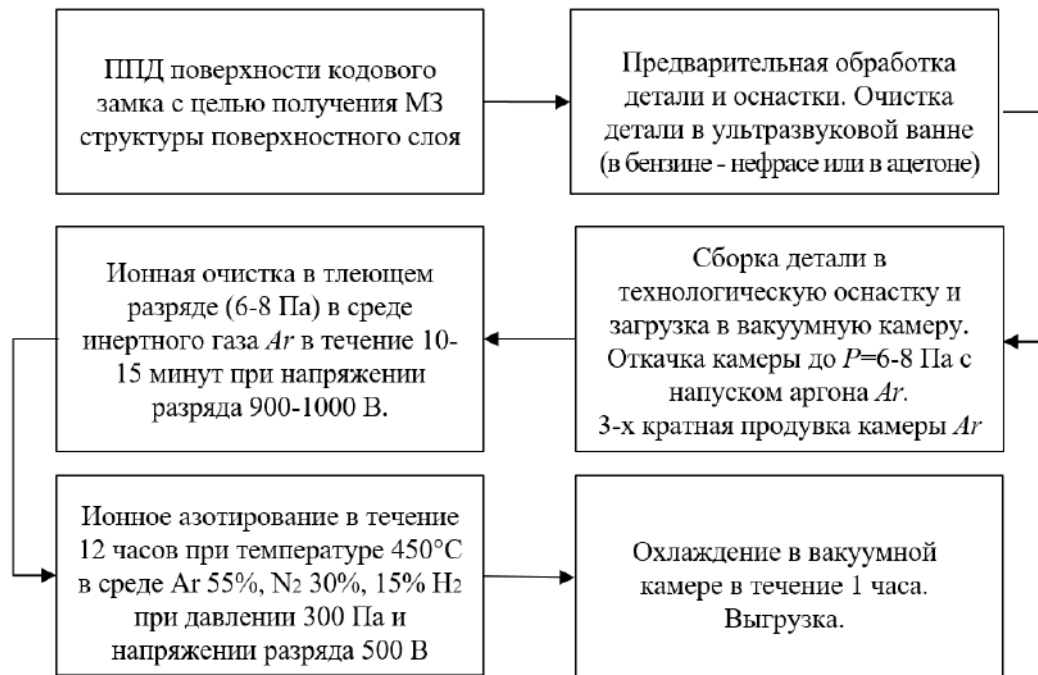


Рисунок 7.26 – Блок-схема ТП низкотемпературного ЛИА детали «Шток»

Низкотемпературное ЛИА проводили в трехкомпонентной газовой смеси 55%  $Ar$ , 30%  $N_2$ , 15%  $H_2$ , при  $U=450-500$  В,  $P=300$  Па и выдержке  $t=12$  ч. Распределение температурного поля в процессе ИА контролировалось путем установки термопар по длине детали.

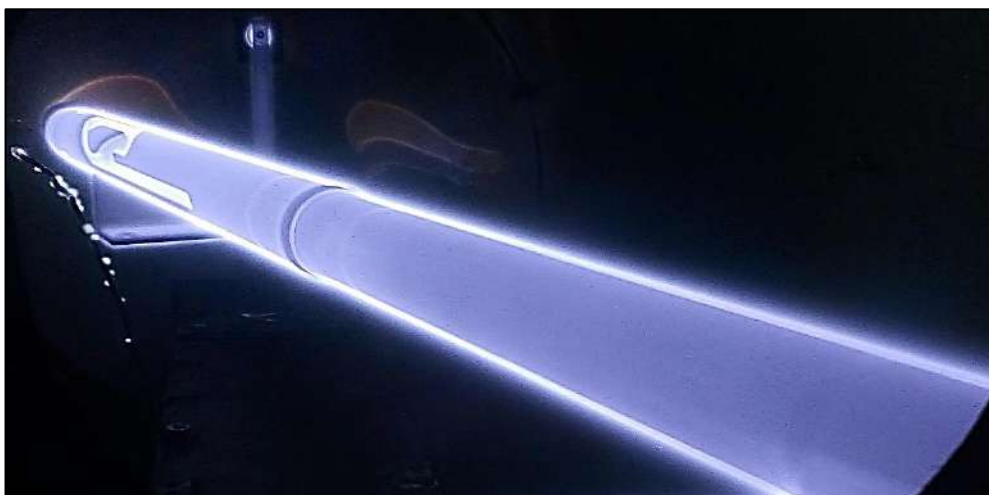


Рисунок 7.27 – Процесс низкотемпературного ЛИА детали «Шток»

Результаты лабораторных и производственных испытаний показали эффективность применения разработанной технологии низкотемпературного ЛИА с предварительным деформационным измельчением структуры на рабочих участках детали, обеспечивающей значительное повышение эксплуатационных характеристик детали «Шток» с минимальным уровнем деформации.

По результатам исследования влияния МП на свойства получаемых упрочненных слоев разработана и апробирована в АО «БелЗАН» новая технология нанесения многослойного покрытия с предварительным локальным ионным азотированием в магнитном поле (Приложение Г) на просечные пуансоны D090001-0061050-110 (рисунок 7.28).

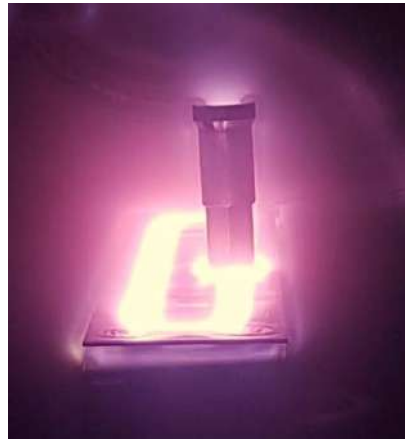


Рисунок 7.28 – Процесс ЛИА в МП детали «Пуансон»

По результатам проведенных производственных испытаний по серийной технологии на холодновысадочных автоматах M16-S2CNF №44136 цеха №14 установлено, что после комбинированного многослойного упрочнения стойкость инструмента повысилась в 1,5-2 раза.

### Выводы по главе 7

1. Установлена зависимость влияния содержания  $H_2$  в многокомпонентной газовой среде при ИА на интенсификацию процесса формирования диффузионной зоны, а также на образование дефектов структуры и охрупчивание исследуемых сталей марок 16X3HВФМБ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш.



2. Установлена зависимость влияния температуры процесса ИА на интенсификацию процесса формирования диффузионной зоны исследуемых сталей марок 16ХЗНВФМБ-Ш, 38ХМЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш.
3. Разработан новый ТП ЛИА с ПК позволяющий за один вакуумный цикл получать на различных участках деталей машиностроения, в зависимости от условий эксплуатации, упрочненные диффузионные слои различной протяженностью, структурно-фазовым составом, механическими свойствами и эксплуатационными характеристиками. Апробация новой технологии на детали «Шестерня» из стали марки 16ХЗНВФМБ-Ш позволила сократить длительность процесса диффузионного насыщения до 12 ч (в ~ 4 раза) и произвести обработку за один вакуумный цикл.
4. Разработан новый ТП низкотемпературного ЛИА, позволяющий проводить низкотемпературную до 450°С обработку сложнопрофильных деталей машиностроения, склонных короблению, с предварительным изменением структуры материала путем ее измельчения методами поверхностной пластической деформации на отдельных интенсивно изнашиваемых участках. Апробация новой технологии на длинномерной детали «Шток» из стали марки 12Х18Н10Т позволила получить на требуемой поверхности детали упрочненный слой с высокими механическими свойствами и эксплуатационными характеристиками, с сохранением коррозионной стойкости материала, вследствие обработки при 450 °С, а также исключить из заводского технологического процесса операцию «рихтовка».

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработаны способы локальной интенсификации диффузионных процессов на отдельных участках деталей при ИА с помощью плазмы ТР повышенной плотности, создаваемой ПК или МП, а также предварительным деформационным измельчением структуры поверхностного слоя материала. При этом в материале формируются упрочненные участки, отличающиеся толщиной и свойствами упрочненного слоя. Установлено, что увеличение концентрации ионов азота в  $\sim 1,75$  раза в катодной полости, образованной технологическим экраном, приводит к локальному увеличению скорости диффузии в 2-2,5 раза по сравнению с традиционным ИА.

2. Разработана численная модель с применением МКЭ, позволяющая проводить расчеты параметров плазмы ТР, тепловых и диффузионных процессов при ЛИА стальных деталей сложных конфигураций. Разработана аналитическая модель с применением экспериментально-статистического метода, позволяющая описать влияние технологических параметров процесса ИА на температуру подложки с точностью 92%. Разработано программное обеспечение для расчета параметров процесса диффузионного насыщения при ИА, учитывающее размер зерна обрабатываемого материала и позволяющее прогнозировать толщину и фазовый состав диффузионного слоя. Это позволит прогнозировать результаты локальной упрочняющей обработки без дополнительных натурных экспериментов.

3. Установлено, что предварительное деформационное измельчение структуры стали аустенитного и мартенситного классов марки 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III методом ИПДК позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения при низкотемпературном  $450^{\circ}\text{C}$  ИА в течение 6 ч в 2-2,5 раза по сравнению с крупнозернистым состоянием без разупрочнения основы материала. При этом максимальное поверхностное упрочнение по сравнению с исходной структурой для стали марки 12X18H10T составила

около 40%, а для стали марки 13X11N2B2MФ-Ш – около 20% в результате образования преимущественно высокоазотистых нитридов железа.

4. Установлено, что применение ПК при ЛИА позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза и увеличить износостойкость поверхности стали перлитного и мартенситного классов марки 38ХМЮА и 16Х3НВФМБ-Ш без изменения механизма изнашивания в 1,6-1,7 раза, по сравнению с ИА без ПК, и в 12-14 раз – по сравнению с исходным состоянием, за счет формирования в поверхностном слое исследуемых материалов много-фазной структуры, состоящей из  $\epsilon$ -фазы  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N})$ ,  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ ,  $\gamma'$ -фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$ , а также  $(\text{CrN}, \text{Cr}(\text{N}, \text{C}), \text{Cr}_2\text{N}, \text{Cr}_2(\text{N}, \text{C}))$  с избеганием образования на острых кромках деталей грубой нитридной сетки, вследствие активного распы-ления поверхности материала ионами аргона при температуре подложки  $550^\circ\text{C}$  и длительности упрочнения 12 ч.

5. Установлено, что предварительная ИПДК стали ледебуритного класса марки Р6М5 перед процессом ЛИА позволяет раздробить крупные нерастворенные карбиды и равномерно распределить их в объеме материала, устранив карбидную строчечность и полосчатость после прокатки, а также заменить трехкратный отпуск при температуре  $560^\circ\text{C}$  на однократный без увеличения остаточного аустенита в материале после термической обработки с увеличением твердости до 67 HRC. Установлено, что после ИПДК, ТО с однократным отпуском и последующим ИА при температуре  $550^\circ\text{C}$ , протяженность зоны диффузионного насыщения в 2-2,5 раза больше, чем у образцов без ИПДК, а прирост поверхностной микротвердости составил  $\sim 1,7$  раза, вследствие активной диффузии азота вглубь материала. При этом также увеличилась абразивная износостойкость материала, вследствие формирования на поверхности материала столбчатой структуры из высокоазотистых нитридов  $\epsilon$ -фазы,  $\gamma'$ -фазы и легирующего элемента хрома  $\text{CrN}$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$ , которые позволяют упрочненному слою выдерживать большие нагрузки без разрушения.

6. На основе полученных результатов исследований разработаны перспективные технологические процессы ЛИА в плазме ТР повышенной плотности, образуемые ПК или МП, а также с предварительным измельчением структуры материала методами интенсивной пластической деформации, позволяющие получать за один вакуумный цикл на локальных участках деталей машиностроения различной конфигурации, в зависимости от условий эксплуатации, упрочненные диффузионные слои различной протяженностью, структурно-фазовым составом, механическими свойствами и эксплуатационными характеристиками с сокращением длительности процесса диффузионного насыщения в 2-2,5 раза. По всем внедренным на предприятиях результатам диссертационной работы имеются соответствующие акты.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Agzamov, R. D. Low-temperature plasma nitriding of titanium alloy Ti-6Al-4V // R. D. Agzamov, K. N. Ramazanov, A. A. Nikolaev, A. F. Tagirov // *Materials. Technologies. Design.* – 2019– Т. 1. – № 1. – P. 11-16.
2. Baguer N., Bogaerts A., and Gijbels R. Hollow cathode glow discharge in He: Monte Carlo–Fluid model combined with a transport model for the metastable atoms // *Journal of applied physics.* – 2003. – P. 47-55.
3. Belashova, I. S. Controlled thermogasocyclic nitriding processes / I. S. Belashova, P. S. Bibikov, A. A. Orekhov, E. I. Starovoitov. *INCAS Bulletin.* – 2021. – Т. 13. – P. 13-20.
4. Budilov, V. V. Ion nitriding in glow discharge with hollow cathode effect / V. V. Budilov, R. D. Agzamov, K. N. Ramazanov // *Metal science and heat treatment.* – 2007– Т. 49. – № 7-8. – P. 358-361.
5. Budilov, V. V. Local ion nitriding of 38KhMYuA steel with glow discharge in a hollow cathode / V. V. Budilov, K. N. Ramazanov, Y. G. Khusainov et al. // *Journal of Engineering Science and Technology Review.* – 2015. – Vol. 8. – Issue 6. – P. 25-29.
6. Budilov, V. V. Application of hollow cathode effect for local ion nitriding of machine parts / V. V. Budilov, K. N. Ramazanov, Y. G. Khusainov et al. // *Journal of Physics: Conference Series.* – 2015. – Т. 652. – № 1. – C. 012052. doi:10.1088/17426596/652/1/012052
7. Christiansen T., Dahl K.V., Somers M.A.J. Simulation of nitrogen concentration depth profiles in low temperature nitride stainless steel, *Defect and Diffusion Forum*, Vols 258-260, Switzerland (2006) pp 378-383.
8. Christiansen T., Dahl K.V., Somers M.A.J. Nitrogen diffusion and nitrogen depth profiles in expanded austenite: experimental assessment, numerical simulation and role of stress. *Materials Science and Technology*, 2008, vol 24 №2, P. 159-167.
9. Esipov, R. S. Ion nitriding of high alloy structural steels with an ultrafine grain structure at various temperatures / R. S. Esipov, R. A. Abdullin, Y. G. Husainov,

A. A. Nikolaev // Journal of surface investigation: X-Ray, synchrotron and techniques. – 2021. – T. 15. – № 5. – P. 1092-1097.

10. Ferkel, H., Glatzer, M., Estrin, Y., Valiev, R.Z., Blawert, C., Mordike, B.L. RF plasma nitriding of severely deformed iron-based alloys Materials Science and Engineering, A348 (2003), 100\_110

11. Hassani-Gangaraj S. M., Guagliano M. Microstructural evolution during finite element simulation and experimental assessment. Applied surface science, 271 (2013), P. 156-163.

12. Herzig, C., & Mishin, Y. (n.d.). Grain Boundary Diffusion in Metals. Diffusion in Condensed Matter, 337–366. doi:10.1007/3-540-30970-5\_8

13. Janosi, S.; Kolozsvary, Z.; Kis, A. Controlled Hollow Cathode Effect New Possibilities for Heating Low-Pressure Furnaces//Metal science and heat treatment №46, 2004, p. 310-316

14. Jaseliunaite, Justina; Galdikas, Arvidas (2020). Kinetic Modeling of Grain Boundary Diffusion: The Influence of Grain Size and Surface Processes. Materials, 13(5), 1051–.doi:10.3390/ma13051051

15. Kaplun, P. V. (2018). Influence of Hydrogen on the Ion Nitriding of Steels. Materials Science, 53(6), 818–822. doi:10.1007/s11003-018-0141-z

16. Kaplun, P. V., & Lyashenko, B. A. (2020). Hydrogen Effect on Strength and Plasticity of Steels After Ion Nitriding in Hydrogen and Hydrogen-Free Environments. Strength of Materials. doi:10.1007/s11223-020-00191-w

17. Keddam M., Djeghlal M.E., Barrallier L. A simple diffusion model for the growth kinetics of  $\gamma'$  iron nitride on the pure iron substrate Applied Surface Science, 242 (2005), P. 369–374.

18. Kene'z, L., Kutasi, N., Filep, E., Jakab-Farkas, L., and Ferencz, L., Anodic Plasma Nitriding in Hollow Cathode (HCAPN), HTM- J. Heat Treat. Mater., 2018, 73(2), p 96–105

19. Khairtdinov, E. F. Formation of the structure and properties of a high speed steel tool by severe plastic deformation and subsequent heat treatment / E. F. Khairtdinov,

G.I. Raab, A.A. Nabiulin, V.Z. Bikbulatova, V. D. Sitdikov & F.F. Safin // *Materials physics and mechanics.* – 2016. – T. 27. – №. 2. – P. 205-214.

20. Khusainov, Y. G. Local ion nitriding of martensitic structural steel in plasma of glow discharge with hollow cathode / Y. G. Khusainov, K. N. Ramazanov // *Inorganic Materials: Applied Research.* – 2019. – Vol.10. – Issue 3. – P. 544-548.

21. Khusainov, Y. G. Ion nitriding of martensitic and austenitic steels after SPD at different temperatures / Y. G. Khusainov, K. N. Ramazanov, R. D. Agzamov et al. // *Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2018): proceedings of the 6th International Congress (Tomsk) // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1115 (2018) 032033 doi :10.1088/17426596/1115/3/032033*

22. Khusainov, Y. G. Influence of hydrogen content in working gas on growth kinetics of hardened layer at ion nitriding of steels / Y. G. Khusainov, K. N. Ramazanov, R. D. Agzamov et al. // *Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2018): proceedings of the 6th International Congress (Tomsk) // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1115 (2018) 032034 doi :10.1088/17426596/1115/3/032034*

23. Khusainov, Y. G. Influence of hydrogen content in working gas on growth kinetics of hardened layer at ion nitriding of 16MnCr5 and A290C1M steels / Y. G. Khusainov, R. S. Esipov, K. N. Ramazanov et al. // *Vacuum Technique and Technology: proceedings of the 25th International Conference (Saint Petersburg Electrotechnical University "LETI") // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 387 (2018) 012034 doi:10.1088/1757899X/387/1/012034*

24. Khusainov, Y. G. Nitriding of Austenitic, Martensitic and Pearlitic Steels in Hydrogen-Contain Glow Discharge Plasma / Y. G. Khusainov, K. N. Ramazanov, R. D. Agzamov et al. // *Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV 2018): proceedings of the 28th International Symposium.* – Greifswald, Germany, 2018. – Vol. 2. – P. 705-708.

25. Khusainov, Y. G. Influence of ultrafine-grained structure of martensitic and austenitic steels on diffusion processes at low-temperature ion nitriding / Y.G. Khusainov, K. N. Ramazanov, R. S. Esipov // *Diffusion in Materials (DIMAT*

- 2017): proceedings of the 10th International Conference. – Haifa, Israel, 2018, – Vol. 383. – P. 167-172.
26. Khusainov, Y. G. Influence of hydrogen content in working gas on diffusion processes at ion nitriding of martensitic and austenitic steels / Y. G. Khusainov, K.N. Ramazanov, R. D. Agzamov // Vacuum Technique and Technology (VTT 2017): proceedings of the 24th International Conference // Journal of Physics: Conference Series. 2017. – Vol.872. – Issue 1. – P. 1-4. DOI: 10.1088/17426596/872/1/012017
27. Kovács, D., Quintana, I., & Dobránszky, J. (2019). Effects of Different Variants of Plasma Nitriding on the Properties of the Nitrided Layer. Journal of Materials Engineering and Performance. doi:10.1007/s11665-019-04292-9
28. Lacaille, V; Kermouche, G; Spinel, D-Y Tumbajoy; Feulvarch, E; Morel, C; Bergheau, J-M (2014). Modeling nitriding enhancement resulting from the NanoPeening treatment of a Pure Iron. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 63(), 012124–.doi:10.1088/1757-899X/63/1/012124
29. Li, Y., Bi, Y., Zhang, M., Zhang, S., Gao, X., Zhang, Z., & He, Y. (2020). Hollow cathodic plasma source nitriding of AISI 4140 steel. Surface Engineering, 1–9. doi:10.1080/02670844.2020.1758012
30. Misiruk, I. O. Modeling of gas diffusion into metals on the example of titanium nitriding in gas discharge plasmas / I. O. Misiruk, O. I. Timoshenko, V. S. Taran // Problems of atomic science and technology. – 2015. – T.95. - №1. – C. 228-230
31. Ochoa, E. A., Wisnivesky, D., Minea, T., Ganciu, M., Tauziède, C., Chapon, P., Alvarez, F. Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma nitriding in steel gears. – Surface and Coatings Technology 203 (2009) 1457–1461.
32. Ramazanov, K. N. Local ion nitriding process with hollow cathode effect computer modelling / K. N. Ramazanov, Y. G. Khusainov, I. V. Zolotov // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – T. 652. – № 1. – C. 012054. doi:10.1088/17426596/652/1/012054



33. Ramazanov, K. N. Ion nitriding of tool steel Kh12 in glow discharge in cross electric and magnetic fields / K. N. Ramazanov, R. K. Vafin, Y. G. Khusainov // Metal science and heat treatment. Nos. 1-2. – 2014. – Vol. 56. – P. 46-49.
34. Ramazanov, K. N. Ion nitriding effect on the structure and mechanical properties of R6M5 highspeed steel after SPD / K. N. Ramazanov, E. F. Khairtdinov, Y. G. Khusainov // Gas Discharge Plasmas and Their Applications (GDP 2019): proceedings of the 14th International Conference (Tomsk) // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1393 (2019) 156401 doi:10.1088/17426596/1393/1/012120
35. Ramazanov, K. N. Influence of the surface location relative to the axis of the arc gas discharge source of low pressure on the properties of the modified layer / K. N. Ramazanov, Y. G. Khusainov, R. D. Agzamov et al. // Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV 2018): proceedings of the 28th International Symposium. – Greifswald, Germany, 2018. – Vol. 2. – P. 693-696.
36. Ramazanov K. N., Sigener F., Loffhagen D., Budilov V. V., Zolotov I. V. Computer modelling of the hollow cathode plasma used for nitriding process. XXVI Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum - Mumbai, India – 2014. – P. 317-320.
37. Ronghua Wei, Raymond C. Benn, Clark V. Cooper. High Intensity Plasma Ion Nitriding of AerMet 100 Martensitic Steel. – Plasma Process. Polym. 4 (2007) S700–S706.
38. Shaikhutdinova, L. R. Effect of Ion Nitriding on the Structural and Phase Composition and Mechanical Properties of High-Speed Steel R6M5 after SPD / L. R. Shaikhutdinova, E. F. Khairtdinov, Y. G. Khusainov // Metal science and heat treatment. Nos. 3-4. – 2020. – Vol. 62. – P. 263-268.
39. Shen, L., Wang, L., & Xu, J. J. (2013). Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel assisted with hollow cathode effect. Surface and Coatings Technology, 228, S456–S459. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.05.026
40. Shigarev, & Dmitrieva, L. P. (1978). Nitriding in magnetic field. Metal Science and Heat Treatment, 20(3), 213–217. <https://doi.org/10.1007/bf00777096>

41. Sun Y., Bell T. A numerical model of plasma nitriding of low alloy steels. *Materials Science and Engineering*, A224 (1997), 33-47.
42. Sylva N., Klinaku S., Aliaj F. Modeling of the precipitation layer by the method of finite elements during the process of gaseous nitriding of steel 16MnCr5. *Applied sciences* 5 (6), 2010, 444-450.
43. Tong, W. P., Zhang, H., Sun, J., Zuo, L., He, J. C., & Lu, J. (2010). Control of iron nitride formation by a high magnetic field. *Journal of Materials Research*, 25(11), 2082–2085. doi:10.1557/jmr.2010.0279
44. Tong W.P., Liu, C.Z., Wang, W., Tao, N.R., Wang, Z.B., Zuo, L. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer. *Scripta Materialia*, 57 (2007), 533–536.
45. Tong, W.P., Han, Z., Wang, L.M., Lu, J., Lu, K. Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment. *Surface & Coatings Technology*, 202 (2008), 4957–4963
46. Vafin, R., Asylbaev, A., Pesin, A., & Pustovoytov, D. (2018). Influence of the magnetic field at ion nitriding in the glow-discharge on the microhardness of steel AISI 321. *Journal of Physics: Conference Series*, 1115, 032061. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1115/3/032061>
47. Vafin, R. K. Effect Crossed Electric and Magnetic Fields of a Glow Discharge / R. K. Vafin, I. I. Yagafarov, Y. G. Khusainov et al. // *Physics of Low Temperature Plasma (PLTP 2017): proceedings of the 16th International Conference* // *Journal of Physics: Conference Series*. 2017. – Vol. 927. – Issue 1. – P. 1-5. doi:10.1088/17426596/927/1/012071
48. Yong M. Kim, Jeon G. Han. Spectroscopic study for pulsed DC plasma nitriding of narrow deep holes. – *Surface and Coatings Technology* 171 (2003) 205–210.
49. Zhidkov, I. S., Kukharenko, A. I., Makarov, A. V., Savrai, R. A., Gavrilov, N. V., Cholakh, S. O., & Kurmaev, E. Z. (2020). XPS characterization of surface layers of stainless steel nitrided in electron beam plasma at low temperature. *Surface and Coatings Technology*, 386, 125492. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.12549
50. Александров, А. С. Исследование поверхностного слоя функциональных поверхностей изделий при модификации на основе дуговой технологии

упрочнения / А. С. Александров, Д. В. Васильков, В. В. Голикова, Т. Б. Кочина // *Металлообработка*. – 2019. – №6 (114). – С. 27-34.

51. Александров, Д. А. Разработка функциональных ионно-плазменных покрытий на основе многослойных гетерогенных структур нитридов металлов / Д. А. Александров, С. А. Будиновский, Д. С. Горлов // *Труды ВИАМ*. – 2021. – №8. – С. 34-42.

52. Алексеева, М. С. Влияние газобарического азотирования на свойства стали мартенситного класса / М. С. Алексеева, М. А. Гресс, С. П. Щербаков, С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова // *МиТОМ*. – 2017. – №8. – С. 52-56.

53. Аль Катави Али Адван Хаммуд. Формирование мартенситосодержащих гетерогенных структур в Cr-Mo-V трубных сталях методами термической обработки: дис. ... канд. техн. наук : 05.16.01 : место защиты : Ур. федер. ун-т имени первого Президента России Б.Н. Ельцина / Аль Катави Али Адван Хаммуд. – Екатеринбург, 2013. – 172 с.

54. Андреев, А. А., Шулаев, В. М., Саблев, Л. П. Азотирование сталей в газовом дуговом разряде низкого давления / А. А. Андреев // *Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»*. – Харьков, – 2006. – 4 т. – №3-4. – С. 191-197.

55. Анисович, А. Г. Практика металлографического исследования материалов / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева. – Минск: Беларус. наука, 2013. – 221 с.

56. Арзамасов, Б. Н. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б. Н. Арзамасов, А. Г. Братухин, Ю. С. Елисеев, Т. А. Панайоти. – М.: Изд-во МВТУ им Баумана, 1999. – 400 с.

57. Ахмадеев, Ю. Х. Генерация однородной низкотемпературной газовой плазмы в импульсном несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом большой площади / Ю. Х. Ахмадеев, В. В. Денисов, Н. Н. Коваль, С. С. Ковальский, И. В. Лопатин, П. М. Щанин, В. В. Яковлев // *Физика плазмы*. – 2017. – 43 т. – №1. – С. 63-70.

58. Бабичев, А. П. Поиск новых технологических методов упрочняющей обработки коленчатых валов двигателей / А. П. Бабичев, М. Е. Попов,

- А. Эль. Дакдуки, Ф. А. Пастухов // Вестник Донского государственного технического университета. – 2015. – №1. – С. 68-78.
59. Бойназаров, У. Р. Свойства оксинитридных покрытий на стали, полученных при трехстадийных процессах азотирования с оксидированием / У. Р. Бойназаров, Л. Г. Петрова, А. А. Брежнев, П. С. Бибииков // *Металлург.* – 2021. – №8. – С. 64-68.
60. Белашова, И. С. Коррозионная стойкость сталей при термогазоциклических процессах азотирования / И. С. Белашова, П. С. Бибииков // *Промышленный сервис.* – 2019. – №1 (70). – С. 13-17.
61. Белашова, И. С. Применение циклических процессов ХТО для повышения свойств инструмента из углеродистой стали и низколегированной стали / И. С. Белашова, Л. Г. Петрова, В. Д. Александров, П. Е. Демин // *СТИН.* – 2017. – №7. – С. 27-31.
62. Беликов, С. В. Особенности формирования структуры и свойств сталей с гетерогенной бейнитно-мартенситной структурой для газонефтепроводов / С. В. Беликов, К. И. Сергеева, О. Ю., Корниенко, И. Н. Ашихмина, А. И. Степанов // *МиТОМ.* – 2010. – № 12. – С. 9-14.
63. Белый, А. В., Кукареко, В. А., Тарасевич, И. Ю., Ших, С. К. Плотность ионного тока и параметры поверхностного слоя хромосодержащих сплавов железа при имплантации ионов азота низкой энергии / А. В. Белый // *Взаимодействие излучений с твердым телом.* – Минск. – 1999. – С.24-26.
64. Берлин, Е. В. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей / Е. В. Берлин, Н. Н. Коваль, Л. А. Сейдман. – Москва: Техносфера, 2012. – 464 с.
65. Бибииков, П. С. Особенности технологии азотирования высоколегированных коррозионностойких сталей авиационного назначения / П. С. Бибииков, И. С. Белашова, М. В. Прокофьев // *Вестник МАИ.* – 2021. – №2. – С. 206-215.

66. Бильченко, А. В. Термостойкость азотированной стали H26Ю3ТБ/ А. В. Бильченко, В. Г. Горбач // Нац. тех. унив-т Украины «КПИ» – 2011. – С.131-136.
67. Бишутин, С. Г. Износостойкость деталей машин и механизмов: учебное пособие / С. Г. Бишутин, А. О. Горленко, В. П. Матлахов; под ред. С. Г. Бишутина. – Брянск: БГТУ, 2010. – 112 с.
68. Будилов, В. В. Моделирование процесса локального ионного азотирования с эффектом полого катода на примере детали «зубчатое колесо» / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, И. В. Золотов // Вестник УГАТУ. – 2015. – №2. – С. 3-8.
69. Будилов, В. В. Исследование влияния локального ионного азотирования с ЭПК на износостойкость поверхности стали 38ХМЮА / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, И. В. Золотов // УТиП. – 2015. – №6. – С. 33-37.
70. Будилов, В. В. Применение эффекта полого катода при локальном ионном азотировании деталей машиностроения / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, И. В. Золотов // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – №10. – С. 109-112.
71. Будилов, В. В. Применение эффекта полого катода для локального ионного азотирования конструкционной стали 16Х3НВФМБ-Ш / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, И. В. Золотов // УТиП. – 2014. – №12. – С. 27-30.
72. Будилов, В. В. Перспективы использования эффекта полого катода при локальном азотировании деталей из стали 16Х3НВФМБ-Ш / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, И. В. Золотов // Вестник УГАТУ. – 2014. – №1. – С. 32-36.
73. Будилов, В. В. Азотирование инструментальной стали Р6М5 в тлеющем разряде в скрещенных электрических и магнитных полях / В. В. Будилов, К. Н. Рамазанов, Р. К. Вафин, Ю. Г. Хусаинов // ФиХОМ. – 2013. – №6. – С. 54-59.
74. Вафин, Р.К. Влияние ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем на структуру и фазовый состав инструментальных сталей

- Р6М5 и Х12: дис. ... канд. тех. наук: 05.16.01 – Ин-т физики прочности и материаловедения СО РАН / Вафин Руслан Каримович. – Уфа, 2013. – 142 с.
75. Витязь, П. А. Опыт и перспективы использования конструкционных сталей для азотирования зубчатых колес / П. А. Витязь, В. И. Моисенко, А. Г. Сидоренко, М. В. Сотников, Н. Д. Шкатуло, Д. И. Харитончик // Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук. – 2021. – №1. – С. 58-65.
76. Волокитина, И. Е., Курапов, Г. Г. Влияние исходного структурного состояния на формирование структуры и механических свойств стали при РКУП / И. Е. Волокитина, Г. Г. Курапов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2017. – №12 (750). – С.44-50.
77. Гаврилов, Н. В. Азотирование нержавеющей стали в плазме электронного пучка в импульсном и непрерывном режимах генерации / Н. В. Гаврилов, А. С. Мамаев, А. В. Чукин // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2017. – №11. – С. 61-67.
78. Герасимов, С. А. Азотирование конструкционных сталей триботехнического назначения и комплексная оценка качества обработки / С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова, М. С. Алексеева, М. А. Бахирев // МиТОМ. – 2020. – №2. – С.18-25.
79. Герасимов, С. А., Куксенова, Л. И., Лаптева, В. Г. и др. Инженерия поверхности и эксплуатационные свойства азотированных конструкционных сталей / Под ред. Е. Н.Каблова. – М.: ВИАМ, 2019. – 600 с.
80. Герасимов, С. А. Особенности формирования структуры и трибологических свойств азотированных сталей и сплавов / С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова, М. С. Алексеева // Вестник научно-технического развития. – 2017. – №7. – С. 3-17.
81. Герасимов, С. А. Структура и контактная выносливость упрочненных слоев теплостойкой стали ВКС-7 после ионно-плазменного азотирования / С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова, М. Ю. Семенов, А. Е. Смирнов, С. П. Щербаков // Металлург. – 2016. – №9. – С.31-38.

82. Герасимов, С. А. Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов: Монография / С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова, В. Г. Лаптева. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2012. – 518 с.
83. Герасимов, С. А. Нанокластеры в твердых растворах железо-хром и их влияние на твердость азотированного слоя стали 38Х2МЮА / С. А. Герасимов, А. А. Новакова, В. С. Крапошин, П. В. Бочаров // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2012. – №11. – С. 519-540.
84. Гласко, Ю.В. Обратные задачи математического моделирования технологических процессов цементации и азотирования: Автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук: 05.13.18; место защиты: МГУ им. М.В. Ломоносова / Гласко Юрий Владленович. – М., 2004. – 23 с.
85. Гребнев, Ю. В. Повышение эксплуатационной стойкости гильз цилиндров паровых молотов / Ю. В. Гребнев, В. Ф. Жаркова, Е. Ю. Карпова, Н. В. Маркина, Д. Ю. Гребнев // Известия волгоградского государственного технического университета. – 2018. – №9. – С. 145-148.
86. Денисов, В. В. Азотирование титана ВТ1-0 в постоянном и импульсном режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда с титановым полым катодом / В. В. Денисов, Ю. Х. Ахмадеев, Ю. В. Денисова, Ю. Ф. Иванов, Н. Н. Коваль, Е. В. Островерхов, П. М. Щанин // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2017. – 60 т. – №10. – С. 44-48.
87. Денисов, В. В. Азотирование стали 40Х в постоянном и импульсном режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом / В. В. Денисов, П. М. Щанин, Ю. А. Денисова, Ю. Х. Ахмадеев, И. В. Лопатин, Н. Н. Коваль // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – 58 т. – №9. – С. 97-101.
88. Евдокимов, В. Д. Технология упрочнения машиностроительных материалов: учебное пособие-справочник / под редакцией д.т.н., проф. В. Д. Евдокимова. – Одесса - Николаев: Изд-во НГТУ им. Петра Могилы, 2005. – 352 с.
89. Есипов, Р.С. Разработка технологии низкотемпературного ионного азотирования сталей 12Х18Н10Т и 13Х11Н2В2МФ-Ш с ультрамелкозернистой

структурой: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.01; место защиты: ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) / Есипов Роман Сергеевич. – Уфа, 2019 – 121 с.

90. Есипов, Р. С. Ионное азотирование высоколегированных конструкционных сталей с ультрамелкозернистой структурой при различных температурах / Р. С. Есипов, Р. А. Абдуллин, Ю. Г. Хусаинов, А. А. Николаев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2021. – №10. – С. 102-107.

91. Есипов, Р. С. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных высоколегированных сталей аустенитного и мартенситного классов с ультрамелкозернистой структурой / Р. С. Есипов, Р. К. Исламгалиев, Ю. Г. Хусаинов и др. // Вестник УГАТУ. – 2019. – №2. – С. 26-32.

92. Жуков, А. А. Статистический анализ влияния химического состава сталей на показатели качества азотированного слоя / А. А. Жуков, Л. А. Щапова // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2007. – №1. – С. 48-52.

93. Зинченко, В. М. Инженерия поверхности зубчатых колес методами химико-термической обработки / В. М. Зинченко; Моск. гос. техн. ун-т им. Н. Э. Баумана. - М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2001. – 301с.

94. Золотов, И.В. Повышение износостойкости поверхности двухфазных титановых сплавов азотированием в тлеющем разряде с полым катодом: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.01; место защиты: Магнитог. гос. техн. ун-т им. Г.И. Носова / Золотов Илья Владимирович. – Уфа, 2017. – 116 с.

95. Иванов, Г. П. Повышение износостойкости деталей созданием регулярной гетерогенной макроструктуры / Г. П. Иванов, Л. В. Картонова, А. А. Худошин // Строительные и дорожные машины. – 1997. – №1. – С. 33-34.

96. Игнатов, Д. Ю. Ионно-плазменная модификация внутренней поверхности металлических изделий протяженной и сложной формы с помощью плазмы несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом / Д. Ю. Игнатов, И. В. Лопатин, В. В. Денисов, Ю. Х. Ахмадеев, Н. Н. Коваль // Сборник избранных статей научной сессии ТУСУР. – 2019. – №1-1. – С. 131-133.



97. Игнатьков, Д. А. Комбинированная обработка металлической поверхности электроискровым легированием и электролитно-плазменным азотированием / Д. А. Игнатьков, В. В. Михайлов, В. И. Иванов, В. А. Денисов // Технология металлов. – 2014. – №5. – С. 33-37.
98. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников: ГОСТ 9450-76. – Издание официальное. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. – 33 с.
99. Исламгалиев, Р. К., Рамазанов, К. Н., Караваева, М. В. и др. Структура и свойства ультрамелкозернистых сталей с ионно-плазменными покрытиями: Монография. – М.: Инновационное машиностроение, 2017. – 225 с.
100. Каплун, В. Г., Каплун, П. В. Ионное азотирование в безводородных средах: монография / В. Г. Каплун, П. В. Каплун. – Хмельницкий: ХНУ, 2015. – 318 с.
101. Карасик, И. И. Методы трибологических испытаний в национальных стандартах стран мира / И. И. Карасик; ред. В. Я. Кершенбаум; Рос. Фонд технол. развития, Междунар. инж. акад. – М.: Союз науч. и инж. об-ний: Наука и техника, 1993. – 325 с.
102. Клевцов, Г. В. Прочность и механизмы разрушения наноструктурированных металлических материалов при однократных видах нагружения / Г. В. Клевцов, Р. З. Валиев, Н. А. Клевцова, Н. Г. Зарипов, М. В. Караваева // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2017. – №9 (747). – С.54-62.
103. Клопотов, А. А. Физические основы рентгеноструктурного исследования кристаллических материалов / А. А. Клопотов, Ю. А. Абзаев, А. И. Потекаев, О. Г. Волокитин, В. Д. Клопотов. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2013. – 263 с.
104. Ковалевская, Ж. Г., Клименов, В. А., Гончаренко, И. М. Влияние ультразвукового модифицирования на диффузионное насыщение хромистых сталей азотом / Ж. Г. Ковалевская // Структура и свойства металлов. – Томск. – 2014. – С. 231-236.

105. Ковалевская, Ж. Г. Особенности формирования азотированных слоев в пластически деформированной стали 40Х, обработанной интенсивными потоками ионов азота / Ковалевская Ж. Г., Кукарко В. А. // Известия Томского политехнического университета. – 324 т. – №2 –Томск. – 2014. – С. 118-125.
106. Коган, Я. Д. Научно-исследовательские работы школы Ю.М. Лахтина в развитии современных технологий поверхностного упрочнения деталей машин и инструмента/ Я. Д. Коган // МиТОМ. – 2010. – №5. – С. 5-14.
107. Крукович, М. Г. Моделирование процесса азотирования / М. Г. Крукович // МиТОМ. – 2004. – №1. – С. 24 – 31.
108. Крукович М.Г. Моделирование процесса ионного азотирования / С.А. Герасимов, М.Г. Крукович, Е.А. Бадерко, Н.П. Клочков // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2013. – № 1. – С. 313 – 332.
109. Крукович, М. Г. Упрочнение деталей азотированием и моделирование кинетики формирования диффузионных слоев при ионном процессе / М. Г. Крукович, Е. А. Бадерко, Н. П. Клочков // Вестник научно-исследовательского института железнодорожного транспорта. – 2012. – №2. – С. 62-66.
110. Крукович, М. Г. Моделирование кинетики роста и свойств азотированных слоев на сталях / М. Г. Крукович // МиТОМ. – 2002. – №2. – С. 18-19.
111. Крукович, М. Г. Моделирование процессов в насыщающем пространстве при ионном азотировании / М. Г. Крукович, Е. А. Бадерко, Н. П. Клочков, А. С. Савельева // Новые материалы и технологии машиностроения. – 2012. – №16. – С.50-55.
112. Крукович, М. Г. Анализ распределения азота на фазовых границах азотированного слоя / М. Г. Крукович, Е. А. Бадерко, Н. П. Клочков // Новые материалы и технологии машиностроения. – 2011. – №12. – С. 64-69.
113. Крукович, М. Г. Применение принципа подобия при моделировании кинетики роста азотированных слоев на сталях / М. Г. Крукович, А. Д. Федотова // Новые материалы и технологии машиностроения. – 2019. – №30. – С. 55-60.

114. Куксенова, Л. И. Разработка методологических основ оценки качества азотирования сталей триботехнического назначения / Л. И. Куксенова, М. С. Алексеева, М. А. Гресс, Д. А. Козлов // Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. – 2021. – №1 (77). – С. 34-45.
115. Куксенова, Л. И. Влияние вакуумной химико-термической обработки на износостойкость сталей ВКС-7 и ВКС-10 / Л. И. Куксенова, С. А. Герасимов, М. С. Алексеева, В. И. Громов // Авиационные материалы и технологии. – 2018. – №1 (50). – С. 3-8.
116. Куксенова, Л. И. Влияние условий азотирования конструкционных сталей на их эксплуатационные свойства и структурный метод оценки качества поверхностного слоя / Л. И. Куксенова, М. С. Алексеева, И. А. Хренникова, М. А. Гресс // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. – 2019. – №4-1. – С. 163-171.
117. Куксенова, Л. И. Повышение ресурса работы зубчатых передач на основе выбора технологий упрочнения рабочих поверхностей зубьев / Л. И. Куксенова, С. А. Поляков, М. С. Алексеева, С. В. Рубцов // Вестник научно-технического развития. – 2019. – №5. – С. 11-22.
118. Куксенова, Л. И. Механические свойства поверхностных слоев конструкционных сталей после азотирования и возможности их наноструктурной адаптации к контактной деформации / Л. И. Куксенова, С. А. Поляков, В. Г. Лаптева, М. С. Алексеева // МиТОМ. – 2015. – №7. – С. 70-76.
119. Куренбин, Т. А. Формирование азотированных слоев в закаленной стали при использовании газоразрядной безводородной плазмы / Т. А. Куренбин, И. М. Гончаренко // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – 59 т. – №7-2. – С. 123-127.
120. Куриленко, В. В., Моисеенко, В. И., Чучуркин, Е. М. Конструкционная прочность и технологичность безалюминиевых сталей крупногабаритных азотированных зубчатых колес / В. В. Куриленко // Механика машин, механизмов и материалов. – 2013. – №1 (22) – С. 60-66.

121. Кхалаф, М. М. Моделирование глубины диффузионного слоя и поверхностной твердости стали при ионном азотировании / М. М. Кхалаф, В. О. Костик // Восточно-Европейский журнал передовых технологий – Харьков. – 2016. – 2/5 (80) – С. 15-20.
122. Лахтин, Ю. М., Коган, Я. Д., Шпис, Г-Й., Бемер, З. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г-Й. Шпис, З. Бемер // М.: Металлургия, 1991. – 320 с.
123. Ляшков, К. А. Деформационно-индуцированные структурно-фазовые превращения в сплавах на основе железа с дисперсными нитридами: дис. ... на соиск. учен. степ. кан. тех. наук/ Ляшков Кирилл Андреевич; институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук – Екатеринбург, 2014. – 124 с.
124. Макаров, А. В. Влияние нагрева на структуру, фазовый состав и микромеханические свойства метастабильной аустенитной стали, упрочненной наноструктурирующей фрикционной обработкой / А. В. Макаров, П. А. Скорынина, Е. Г. Волкова, А. Л. Осинцева // Структура, фазовые превращения и диффузия. – 2018. – № 12. – С. 1257-1264.
125. Макаров, А. В. Влияние непрерывного и газоциклического плазменного азотирования на качество наноструктурированной поверхности аустенитной нержавеющей стали / А. В. Макаров, Н. В. Гаврилов, Г. В. Самойлова, А. С. Мамаев, А. Л. Осинцева, Р. А. Саврай // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2017. – № 2 (75). – С. 55-66.
126. Максимов, А. Б., Ерохина, И. С. Свойства толстолистового проката с градиентом прочности по толщине // Материаловедение. – 2020. – № 7. – С. 15-19.
127. Максимов, А. Б. Толстолистовой прокат с изменяющимися механическими свойствами по толщине / А. Б. Максимов, И. П. Шевченко, И. С. Ерохина // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2019. – № 8. – С. 587-593.

128. Малинов, Л. С., Малинов, В. Л. Ресурсосберегающие экономнолегированные сплавы и упрочняющие технологии, обеспечивающие эффект самозакалки. – Мариуполь: ПГТУ, 2009. – 265 с.
129. Малинов, Л. С., Малинов, В. Л. Экономнолегированные сплавы с мартенситными превращениями и упрочняющие технологии: – Харьков: ХФТИ, 2007. – 346 с.
130. Матвишин, П. В. Влияние концентрации аргона и давления на свойства азотированного слоя при ионном азотировании // Вестник Хмельницкого национального университета. Технические науки. – 2015. – № 6. – С. 16-18.
131. Мерер, Х. Диффузия в твердых телах: монография. Пер. с англ.: Научное издание / Х. Мерер – Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2011. – 536 с.
132. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу: ГОСТ 2999-75. – Издание официальное. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. – 29 с.
133. Мурашов, Ю. В. Разработка дугового плазмотрона для нанесения покрытий с учетом явлений неустойчивости плазменного потока: автореф. дис. ... на соиск. учен. степ. канд. техн. наук : 05.09.10 / Юрий Васильевич Мурашов. – Санкт-Петербург, 2016. – 22с.
134. Мухин, В. С. Упрочнение поверхности сталей и титановых сплавов путем создания макронеоднородной структуры при азотировании в тлеющем разряде / В. С. Мухин, К. Н. Рамазанов, Д. З. Ишмухаметов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2010. – №10. – С. 32-35.
135. Наконечники и бойки алмазные к приборам для измерения твердости металлов и сплавов. Технические условия: ГОСТ 9377-81. - Издание официальное. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. – 9 с.
136. Немзер, Г. Г., Немзер, Н. А Дифференцированная термообработка (ДТО) прокатных валков // Сталь. – 2017. – №7. – С. 62-64.
137. Павлов, М. Д. Структура и свойства стали 30ХГСА после лазерно-плазменного азотирования и наноструктурирования / М. Д. Павлов, В. В. Чердынцев, А. А. Степашин, В. Д. Данилов // Современные проблемы науки и образования. – 2013. – №6. – С. 62-70.

138. Пастух, И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде [Текст] / И. М. Пастух; под общ. ред. И. М. Неклюдова, В. М. Шулаева. – Нац. науч. центр "Харьковский физико-технический ин-т". – Харьков : ННЦ ХФТИ, 2006. – 361 с.
139. Перевалова, О. Б., Панин, А. В., Синякова, Е. А. Особенности поверхностного упрочнения 12Cr ферритно-мартенситной стали при совмещении ионно-плазменного азотирования и ультразвуковой обработки // ФиХОМ. – 2012. – №3. – С. 43–50.
140. Перевалова, О. Б. Роль высокотемпературного старения в процессах формирования нанокристаллической структуры в стали ЭК-181, подвергнутой ультразвуковой обработке / О. Б. Перевалова, А. В. Панин, Е. А. Синякова, М. В. Леонтьева-Смирнова, В. М. Чернов // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2011. – №12. – С. 36-39.
141. Петрова, Л. Г. Поверхностное упрочнение хромистой стали методом контролируемого последовательного оксиазотирования / Л. Г. Петрова, Л. П. Шестопалова, В. А. Александров // МиТОМ. – 2013. – №11 (701). – С. 17-24.
142. Петрова, Л. Г. К 100-летию со дня рождения Ю.М. Лахтина: история создания и становления научной школы металловедения МАДИ / Л. Г. Петрова // УТиП. – 2010. – №4 (64). – С. 3-9.
143. Петрова, Л. Г. Научная школа Ю.М. Лахтина и ее вклад в развитие современных упрочняющих технологий / Л. Г. Петрова // Вестник МАДИ. – 2005. – №4. – С. 26-36.
144. Петрова, Л. Г. Становление и развитие научной школы Ю.М. Лахтина / Л. Г. Петрова // МиТОМ. – 2010. – №5 (659). – С.15-26.
145. Петрова, Л. Г. Прикладное применение моделей химико-термической обработки для разработки технологий поверхностного упрочнения / Л. Г. Петрова // Вестник Харьковского национального автомобильно-дорожного университета. – 2010. – №51. – С.26-34.

146. Петрова, Л. Г. Интенсификация процессов химико-термической обработки сталей: монография / Л. Г. Петрова, В. А. Александров, П. Е. Демин, А. С. Сергеева. – М.: Изд-во МАДИ, 2019. – 160 с.
147. Петрова, Л. Г. Моделирование кинетики азотирования многокомпонентных сплавов / Л. Г. Петрова // МиТОМ. – 2002. – №10. – С. 22-23.
148. Петрова, Л. Г. Моделирование процессов внутреннего азотирования жаропрочных сталей и сплавов: дис. д-р. техн. наук: 05.02.01 / Петрова Лариса Георгиевна. – М.: Московский автомобильно-дорожный институт, 2001. – 402 с.
149. Подгайский, М. С. Термическое армирование проката / М. С. Подгайский // МиТОМ. – 1992. – №10. – С. 20-23.
150. Полевой, Е. В. Разработка и промышленное освоение технологии дифференциальной термической обработки железнодорожных рельсов с использованием тепла прокатного нагрева / Е. В. Полевой, Г. Н. Юнин, М. В. Темлянцев // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2016. – 59 т. – №10. – С. 704-714.
151. Полевой, Е. В. Разработка технологии дифференцированной термической обработки рельсов / Е. В. Полевой, К. В. Волков, Е. П. Кузнецов, Е. Н. Чудов, А. М. Юнусов // Сталь. – 2014. – №7. – С. 89-90.
152. Поляков, С. А. Анализ процессов микропластической деформации приповерхностных слоев азотированных конструкционных сталей / С. А. Поляков, Л. И. Куксенова, В. Г. Лаптева, М. С. Алексеева // Материаловедение. – 2016. – №4. – С. 77-81.
153. Приходько, В. М. Технологические возможности применения ультразвука для повышения эксплуатационных свойств изделий транспортного машиностроения / В. М. Приходько, Р. И. Нигметзянов, С. К. Сундуков, Д. С. Фатюхин // Научные технологии в машиностроении. – 2019. – №7 (97). – С. 9-15.
154. Приходько, В. М. Комбинирование методов химико-термической обработки с ультразвуком / В. М. Приходько, Д. С. Симонов, Т. Д. Дмитриев, Л. Я. Кеблани // Вестник МАДИ. – 2019. – №1 (56). – С. 49-54.

155. Прокофьев, М. В. Влияние стадийного азотирования на строение и свойства мартенситной стали 13X11H2B2MФ / М. В. Прокофьев, Л. Г. Петрова, И. С. Белашова, П. С. Бибииков // Научные технологии в машиностроении. – 2021. – №12 (126). – С. 12-19.
156. Райзер, Ю. П. Физика газового разряда: научное издание / Ю. П. Райзер; 3-е изд., перераб. и доп. – Долгопрудный: Издательский дом «Интеллект», 2009. – 736 с. ISBN 978-5-91559-019-8
157. Рамазанов, К. Н. Исследование плазмы тлеющего разряда при ионном азотировании с полым катодом / К. Н. Рамазанов, И. В. Золотов, И. С. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов // Низкотемпературная плазма в процессах нанесения функциональных покрытий. – 2014. – №5. – С. 143-147.
158. Рамазанов, К. Н. Анализ и прогнозирование эксплуатационных разрушений шестерен коробки агрегатов ГТД после ионного азотирования / К. Н. Рамазанов, Ю. Г. Хусаинов, Н. С. Бабенко // Новости материаловедения. Наука и техника. – 2015. – №6. – С. 39-43.
159. Рамазанов, К. Н. Ионное азотирование в тлеющем разряде инструментальной стали X12 в скрещенных электрических и магнитных полях / К. Н. Рамазанов, Р. К. Вафин, Ю. Г. Хусаинов // МиТОМ. – 2014. – №1. – С. 46-49.
160. Рамазанов, К. Н., Агзамов, Р. Д., Будилов, В. В. и др. Ионное азотирование сталей в тлеющем разряде низкого давления: Монография. – М.: Инновационное машиностроение, 2016. – 335 с.
161. Рамазанов, К. Н. Ионное азотирование в неоднородной плазме тлеющего разряда / К. Н. Рамазанов, Д. З. Ишмухаметов, Н. С. Садкова // Вестник УГАТУ. – 2011. – №3 (43). – С. 67-71.
162. Реброва, И. А. Планирование эксперимента: учебное пособие / И. А. Реброва. – Омск: СибАДИ, 2010. – 107 с.
163. Рудской, А. И. Новый способ интенсивного пластического деформирования металлов / А. И. Рудской, А. А. Богатов, Д. Ш. Нухов, А. О. Толкушкин // МиТОМ. – 2018. – №1. – С. 5-8.



164. Румянцев, В. Д. Теория тепло- и массообмена. – Днепропетровск: Пороги, 2006. – 532 с.
165. Сарсембаева, Т. Е. Дифференцированная термическая обработка цельнокатаных колес грузовых вагонов / Т. Е. Сарсембаева, А. Т. Канаев, Г. К. Тайманова // Сталь. – 2017. – №5. – С. 56-59.
166. Синявский, А. Ф. Влияние дифференцированной закалки на повышение режущих свойств ножей в процессе эксплуатации / А. Ф. Синявский, И. А. Синявский // Изв. вузов. Черная металлургия. – 1997. – №6. – С. 65-67.
167. Смолякова, М. Ю. Исследование влияния низкотемпературного азотирования на коррозионную стойкость и трибологические свойства стали 12Х18Н10Т // Перспективные материалы. – 2013. – №10. – С. 63-69.
168. Соболев, О. В. Использование структурного подхода при оценке эффективности газового и ионного азотирования сталей / О. В. Соболев, А. А. Андреев // ФИП – Харьков. – 2015. – 13 т. – №2 – С. 202-208.
169. Спевак, Л. Ф. Математическое моделирование плазменного азотирования аустенитной нержавеющей стали / Л. Ф. Спевак, О. А. Нефедова, А. В. Макаров, Г. В. Самойлова // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – №. 6. – С. 68-79.
170. Способ локального поверхностного азотирования изделий: пат. №2252272, МПК<sup>7</sup> С23С8/62, В22F3/24 / Л. В. Усачева, В. В. Пешков, В. Ф. Селиванов; заявитель и патентообладатель Воронежский государственный технический университет – №2003137535/02; заявл. 25.12.2003; опубл. 20.05.2005, Бюл. № 14. – 4 с.
171. Способ поверхностного упрочнения детали из стали: пат. №2688009 РФ: МПК С23С12/00, С23С10/58, С23С8/66 / Э. Ю. Балаев, А. Е. Литвинов; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет» – №2018134702; заявл. 01.10.2018; опубл. 17.05.2019, Бюл. № 14. – 6 с.
172. Способ упрочнения поверхностей термообработанных стальных деталей: пат. №2688787 РФ: МПК С23С 8/34, С23С 8/38, В23Н 5/14 /

В. Б. Тарельник, В. С. Марцинковский, Е. В. Коноплянченко, А. В. Белоус, Б. Антошевский; заявитель и патентообладатель Марцинковский В.С. – № 2017116136; заявл. 05.05.2017; опубл. 22.05.2019, Бюл. № 15. – 8 с.

173. Способ цементации деталей из конструкционных и инструментальных сталей в цементуемой пасте: пат. №2704044 РФ: МПК С23С8/66 / Н. А. Костин, А. Е. Дедов, Н. Н. Костин; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «Курский государственный университет» – № 2019102905; заявл. 02.02.2019; опубл. 23.10.2019, Бюл. № 30. – 5 с.

174. Тагиров, А. Ф. Низкотемпературное ионное азотирование титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде и в несамостоятельном дуговом разряде / А. Ф. Тагиров, Р. Д. Агзамов, А. А. Николаев // Титан. – 2021. – №3(72). – С. 41-47.

175. Устройство для обработки внутренней поверхности трубы: пат. №2102524, МПК С23С8/36 / В. А. Быстрик, Р. В. Каталов, А. Г. Прозоров, Ю. П. Черников, А. В. Подшивалов, Е. А. Быстрик, Н. А. Бычков; заявитель и патентообладатель Быстрик В.А., Каталов Р.В., Прозоров А.Г., Черников Ю.П., Подшивалов А.В., Быстрик Е.А., Бычков Н.А. – № 93005936/02; заявл. 01.02.1993; опубл. 20.01.1998. – 6 с.

176. Ушева, Н. В. Математическое моделирование химико-технологических процессов: учебное пособие / Н. В. Ушева, О. Е. Мойзес. О. Е. Митянина, Е. А. Кузьменко: Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2014. – 135 с.

177. Харитончик, Д. И., Моисеенко, В. И. Крупногабаритные зубчатые колеса с внутренним зацеплением из алюминийсодержащих сталей / Д. И. Харитончик. – Минск, 2012. – 125 с.

178. Хасанова, Л. А. Совершенствование технологического процесса азотирования на основе методов статистического анализа и моделирования: автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.16.01: место защиты: Рыбинская государственная авиационно-технологическая академия / Хасанова Лейла Александровна. – Рыбинск, 2009. – 16 с.

179. Хван, А. Д. Повышение стойкости стали Р6М5 / А. Д. Хван, П. М. Панин // Вестник ВГТУ. – 2011. – Т.7. – №11-2. – С. 122-124.
180. Хван, А. Д. Повышение стойкости стали Р6М5 пластической деформацией в неизотермическом режиме / А. Д. Хван // Заготовительные производства в машиностроении. – 2011. – №11. – С.21-23.
181. Хусаинов, Ю. Г. Исследование структуры, фазового состава и механических свойств поверхности сталей 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА при локальном ионном азотировании в тлеющем разряде с полым катодом: дис. ... канд. техн. наук : 05.16.01: место защиты: Магнитог. гос. техн. ун-т им. Г.И. Носова / Хусаинов Юлдаш Гамирович. – Уфа, 2015. – 152 с.
182. Хусаинов, Ю. Г. Исследование влияния азотирования на структурно-фазовый состав поверхностного слоя сталей аустенитного и мартенситного классов с УМЗ структурой / Ю. Г. Хусаинов, Р. С. Есипов, Э. Л. Варданян // Низкотемпературная плазма в процессах нанесения функциональных покрытий. – 2019. – №10. – С. 179-182.
183. Хусаинов, Ю. Г. Локальное ионное азотирование конструкционной стали мартенситного класса в плазме тлеющего разряда с полым катодом / Ю. Г. Хусаинов, К. Н. Рамазанов // ФиХОМ. – 2018. – №2. – С. 74-80.
184. Хусаинов, Ю. Г. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных сталей 13Х11Н2В2МФ-Ш и 12Х18Н10Т с ультрамелкозернистой структурой / Ю. Г. Хусаинов, К. Н. Рамазанов, Р. С. Есипов // УТиП. – 2017. – №10. – С. 459-463.
185. Хусаинов, Ю. Г. Влияние водорода на процесс ионного азотирования аустенитной стали 12Х18Н10Т / Ю. Г. Хусаинов, К. Н. Рамазанов, Р. С. Есипов, Г. Б. Исяндавлетова // Вестник УГАТУ. – 2017. – №2. – С. 24-29.
186. Хусаинов, Ю. Г. Определение и прогнозирование температуры нагрева изделия в процессе ионно-плазменного азотирования / Ю. Г. Хусаинов, Д. Р. Лапицкий, Р. С. Есипов // Вестник УГАТУ. – 2018. – №1. – С. 29-35.
187. Хусаинов, Ю. Г. Перспективы использования ионного азотирования с эффектом полого катода для упрочнения рабочих пар скважинных насосов /

- Ю. Г. Хусаинов, И. С. Копейкин, А. Е. Тихонов // Нефтегазовое дело. – 2015. – №1. – С. 137-140.
188. Чичко, А. Н. Математическое моделирование процесса цементации на основе уравнения теплопроводности и диффузии / А. Н. Чичко, О. А. Сачек // Литье и металлургия. – 2008. – 2(46). – С. 88-92.
189. Чудина, О. В. Прогнозирование упрочнения двойных сплавов железа при азотировании на основе расчетных моделей / О. В. Чудина, Л. Г. Петрова // МиТОМ. – 2000. – №4. – С.38-43.
190. Чудина, О. В. Перспективные технологии создания диффузионных покрытий на сталях с высокими механическими характеристиками / О. В. Чудина, В. А. Александров, А. А. Брежнев // Вестник Харьковского национального автомобильно-дорожного университета. – 2009. – №46. – С. 72-75.
191. Чудина, О. В. Формирование модифицированных слоев на углеродистых сталях лазерным легированием и азотированием / О. В. Чудина, А. А. Брежнев, А. О. Беляева, Ю. М. Миронов, А. А. Федотов // Новые материалы и технологии машиностроения. – 2010. – №12. – С.122-125.
192. Чудина, О. В. Создание модифицированных упрочненных слоев на поверхности сталей методами лазерной и химико-термической обработки / О. В. Чудина // Главный механик. – 2019. – №6. – С.46-54.
193. Чудина, О. В. Комбинированное поверхностное упрочнение углеродистых сталей методами химико-термической обработки / О. В. Чудина, А. А. Брежнев // Вестник Харьковского национального автомобильно-дорожного университета. – 2010. – №51. – С.14-19.
194. Шайхутдинова, Л. Р. Влияние ионного азотирования на структурно-фазовый состав и механические свойства быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД / Л. Р. Шайхутдинова, Э. Ф. Хайретдинов, Ю. Г. Хусаинов // МиТОМ. – 2020. – №4. – С. 22-27.
195. Шайхутдинова, Л. Р. Исследование влияния ионного азотирования на структуру и механические свойства инструментальной быстрорежущей стали

Р6М5 после ИПД / Л. Р. Шайхутдинова, Э. Ф. Хайретдинов, Ю. Г. Хусаинов и др. // Вестник УГАТУ. – 2017. – №4. – С. 50-56.

196. Шестопалова, Л. П. Низкотемпературное азотирование легированных сталей через наноксидный барьер: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.01: место защиты: Московский автомобильно-дорожный институт / Шестопалова Лариса Павловна. – М., 2009. – 197 с.

197. Шестопалова, Л. П., Александров, В. А. Влияние циклического оксиазотирования на технические характеристики конструкционных легированных сталей // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2018. – №51 (161). – С. 220-224.

198. Шестопалова, Л. П. Повышение эксплуатационных характеристик легированных сталей при контролируемом оксиазотировании // Технология металлов. – 2016. – №4. – С. 2-12.

199. Школяр, В. Н. Планирование эксперимента и обработка результатов. – М.: Томский Политехнический Университет, 2010. – 90 с.

200. Шрайдер, А. В. Новые технологические возможности производства прокатных валков марки НКМЗ / А. В. Шрайдер, А. А. Дардесов, С. Н. Мотов // Сталь. – 2014. – №12. – С. 72-73.

201. Югай, С. С., Силина, О. В., Трутнева, Т. С. Азотирование экономнолегированных низкоуглеродистых сталей мартенситного класса / С. С. Югай // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2012. – №11. – С. 50-54.

202. Югай, С. С. Влияние размера зерна аустенита на азотируемость низкоуглеродистой мартенситной стали 12Х2Г2НМФТ / О. В. Силина, С. С. Югай // Пермский государственный технический университет – Пермь, – 2010. – С. 57-61.

## ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А. Копия диплома победителя в номинации «100 лучших изобретений России – 2018».

Приложение Б. Копия свидетельства победителя конкурса 2018 года на право получения грантов Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых.

Приложение В. Копии патентов РФ на изобретения, разработанные в рамках диссертационной работы.

Приложение Г. Копии актов о внедрении результатов диссертационной работы.

Приложение Д. Исходный код программы для расчета параметров диффузионного слоя при ионном азотировании в тлеющем разряде.

Приложение Е. Комплект технологической документации локального ионного азотирования детали «Шестерня» в тлеющем разряде с полым катодом

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL  
PROPERTY



НАГРАЖДАЕТСЯ

В номинации «100 лучших изобретений России-2018»

Патентообладатель: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования

«Уфимский государственный авиационный технический университет»

Авторы: Будилов Владимир Васильевич, Рамазанов Камиль Нуруллаевич,  
Хусаинов Юлдаш Гамирович, Есипов Роман Сергеевич,  
Золотов Илья Владимирович, Агзамов Рашид Денисламович

за разработку «Способ локальной обработки стальных изделий  
при ионном азотировании в магнитном поле»

(патент Российской Федерации № 2640703)



Руководитель

Г.П. Ивлиев







## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2534697

СПОСОБ ЛОКАЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛА С  
ЭФФЕКТОМ ПОЛОГО КАТОДА ПРИ ИОННОМ  
АЗОТИРОВАНИИ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2013116338

Приоритет изобретения 09 апреля 2013 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 06 октября 2014 г.

Срок действия патента истекает 09 апреля 2033 г.

Врио руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Л.Л. Кирий





## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2534906

СПОСОБ ЛОКАЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛА С  
ЭФФЕКТОМ ПОЛОГО КАТОДА ПРИ ИОННОМ  
АЗОТИРОВАНИИ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2013117842

Приоритет изобретения 17 апреля 2013 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 07 октября 2014 г.

Срок действия патента истекает 17 апреля 2033 г.

Врио руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Л.Л. Кирий





## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2534907

СПОСОБ ЛОКАЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛА ПРИ  
АЗОТИРОВАНИИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2013115736

Приоритет изобретения 08 апреля 2013 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 07 октября 2014 г.

Срок действия патента истекает 08 апреля 2033 г.

Врио руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Л.Л. Кирий





## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2640703

СПОСОБ ЛОКАЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ СТАЛЬНОГО  
ИЗДЕЛИЯ ПРИ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ В  
МАГНИТНОМ ПОЛЕ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Есинов Роман Сергеевич (RU), Золотов Илья Владимирович (RU), Агзамов Рашид Денисламович (RU)*

Заявка № 2016110289

Приоритет изобретения 21 марта 2016 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 11 января 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 21 марта 2036 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

*Г.П. Ивлиев*



## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2654161

СПОСОБ ЛОКАЛЬНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ  
СТАЛЬНЫХ ИЗДЕЛИЙ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С  
МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Исяндавлетова Гузель Басировна (RU), Есинов Роман Сергеевич (RU)*

Заявка № 2017106406

Приоритет изобретения 27 февраля 2017 г.

Дата государственной регистрации в


Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 16 мая 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 27 февраля 2037 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев





## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2662518

СПОСОБ СОЗДАНИЯ МАКРОНЕОДНОРОДНОЙ  
СТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Агзамов Рашид Денисламович (RU), Тагиров Айнуур Фиргатович (RU), Есинов Роман Сергеевич (RU)*

Заявка № 2017100460

Приоритет изобретения 09 января 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 26 июля 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 09 января 2037 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев



## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2664106

СПОСОБ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО  
АЗОТИРОВАНИЯ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилев Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Агзамов Рашид Денисламович (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Есинов Роман Сергеевич (RU), Тагиров Айнуур Фиргатович (RU)*

Заявка № 2017100450

Приоритет изобретения 09 января 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 15 августа 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 09 января 2037 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев



ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО

"УФИМСКОЕ МОТОРОСТРОИТЕЛЬНОЕ ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ"

05.06.15 № 47/11-441

на № \_\_\_\_\_

450039, Республика Башкортостан,  
г. Уфа, ул. Ферина, 2  
Телетайп / телекс 162340, "RICA RU"  
тел.: +7 (347) 238-33-66, 238-18-63  
факс: +7 (347) 238-37-44  
e-mail: umpo@umpo.ru, сайт: www.umpo.ru  
ИНН 0273008320, КПП 997850001  
ОГРН 1020202388359

УТВЕРЖДАЮ  
и.о. заместителя управляющего  
директора, технического директора  
"УМПО" «УМПО»  
С.А. Симонов  
А.А. Ахметов

#### АКТ

о внедрении результатов диссертационной работы  
**ХУСАИНОВА Юлдаша Гамировича**

Научные результаты диссертационной работы Хусаинова Юлдаша Гамировича рекомендованы к внедрению на предприятии ОАО «УМПО» в виде типового технологического процесса локального ионного модифицирования деталей типа «шестерня» в плазме тлеющего разряда повышенной плотности.

Разработанный технологический процесс реализован на модернизированной установке ННВ 6.6-И1 позволяющий проводить очистку и активацию обрабатываемых поверхностей ионами инертного газа аргона, осуществлять нагрев обрабатываемых деталей в тлеющем разряде повышенной плотности, а также проводить поверхностную структурно-фазовую модификацию высокоэнергичными ионами азота.

В лаборатории «ПНИЛ технологий покрытий и специальных свойств поверхностей» при Уфимском государственном авиационном техническом университете проведена апробация технологического процесса локального ионного модифицирования на опытных образцах из стали 16ХЗНВФМБ-Ш, применяемой для изготовления детали «шестерня» центрального конического привода. По результатам комплексных исследований была получена совокупность экспериментальных данных о влиянии ионного модифицирования в плазме тлеющего разряда повышенной плотности на структуру и фазовый состав поверхности, зависимости изменения микротвердости и износа модифицированного слоя стали от режимов обработки, а также кинетика роста диффузионной зоны.

Главный сварщик

*С.Х. Даутов* 30.06.15

С.Х. Даутов

Ведущий инженер ОГС

*А.И. Гумеров* 30.06.2015

А.И. Гумеров



Результаты замеров контролируемых размеров детали «Шестерня»  
после локального ионного азотирования с полым катодом

№	Допустимые значения	Фактические значения	Оборудование для контроля
1	Ø 82...81,88	Ø 81,95	Кольцо СТ-02
2	Ø 11,2...11,47	Ø 11,36	Калибр-пробка ГОСТ 14810-69
3	Ø 2,991...2,983	Ø 2,987	Калибр СТ-02-2
4	Ø 11,2...11,47	Ø 11,33	Калибр-пробка ГОСТ 14810-69
5	Ø 16,1...16,0	Ø 16,03	Микрометр ГОСТ 6507-90
6	Ø 17,08...17,059	Ø 17,063	Скоба ГОСТ 11098-75
7	3,0...3,06	3,02	Калибр плоский СТ-03-4
8	Допуск рад. биения профилей зуба относительно центров фасок – 0,017 мм	+	Индикатор ГОСТ 9696-82, прибор
9	Допуск рад. биения Ø А относительно центров – 0,005 мм	+	Головка измерительная ГОСТ 18833-73,

			прибор, штатив ГОСТ 10197-70
10	Допуск радиального биения профилей зубьев относительно $\varnothing A - 0,036$ мм	+	Индикатор ГОСТ 9696-82, прибор
11	Длина общей нормали $W=27,577...27,529$ мм (через 5 зубьев)	+	Скоба СТ-02-6, нормалемер
12	Допуск на колебание длины общей нормали – $0,017$ мм	+	Нормалемер
13	Допуск на погрешность направления зуба – $0,007$ мм	+	Прибор
14	Шаг зацепления $5,904$  Допуск на наибольшую разность основных шагов - $0,006$ мм  Предельные отклонения основного шага от номинального $\pm 0,006$ мм	+	Шагомер, эталон
15	Допуск на погрешность профиля - $0,006$ мм	+	Прибор
16	Допуск на накопленную погрешность окружного шага - $0,032$ мм	+	Прибор
17	$R 0,4...0,8$	$R 0,6$	Микроскоп
18	$\varnothing 73...72,026$	$\varnothing 72,54$	Микроскоп

452606, Российская Федерация,  
Республика Башкортостан,  
г. Октябрьский, ул. Северная, д. 7.



Тел.: (34767) 6-63-64, 6-71-91 | Факс (34767) 6-75-15 | E-mail: mail@npf-paker.ru | http://www.npf-paker.ru



УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО НПФ «Пакер»

М.М. Нагуманов

06 2018

## АКТ


### о внедрении результатов научных исследований в рамках диссертационной работы **ХУСАИНОВА Юлдаша Гамировича**

Научные результаты диссертационной работы Хусаинова Юлдаша Гамировича рекомендованы к внедрению на предприятии ООО НПФ «Пакер» в виде типового технологического процесса низкотемпературного локального ионного модифицирования кодового замка детали «Шток» внутрискважинного изделия – пакера с раздвижными опорами (типоразмер - Ø122), в плазме тлеющего разряда повышенной плотности после предварительной механической обработки поверхности.

Разработанный технологический процесс низкотемпературного локального ионного модифицирования апробирован на модернизированной установке ЭЛУ-5М для проведения процессов термической и химико-термической обработки в вакууме, позволяющий проводить предварительную ионную очистку и активацию обрабатываемых поверхностей ионами инертного газа аргона, осуществлять нагрев обрабатываемых деталей до ~450°C в тлеющем разряде повышенной плотности, а также проводить локальную поверхностную структурно-фазовую модификацию высокоэнергетичными ионами азота.

По результатам комплексных исследований лаборатории «ПНИЛ технологий покрытий и специальных свойств поверхностей» при ФГБОУ ВО «УГАТУ» и Центральной заводской лаборатории ООО НПФ «Пакер» (протокол №29) было установлено, что после низкотемпературного локального ионного модифицирования толщина упрочненного слоя в местах кодового замка составила ~200 мкм. Прирост поверхностной микротвердости составил порядка 70%. Рентгеноструктурный фазовый анализ упрочненного слоя показал, что на поверхности материала после ионного азотирования происходит формирование нитридов железа ε-фазы (Fe<sub>2</sub>N, Fe<sub>3</sub>N), γ'-фазы (Fe<sub>4</sub>N), азотистого α-твердого раствора (α-Fe<sub>[N]</sub>) и легирующего элемента хрома CrN, Cr<sub>2</sub>N. Результаты стендовых испытаний на опытных образцах из конструкционной стали аустенитного класса показали, что предложенный способ упрочняющей обработки позволяет обеспечить значительное повышение эксплуатационных характеристик детали «Шток».

И.о. руководителя группы  
по разработке инновационного оборудования

 Тихонов А.Е.

Советник директора ООО НПФ «Пакер»,  
к.т.н., член-корреспондент РАЕН

 Муфазалов Р.Ш.

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор АО «БелЗАН»

Ш. Галиахметов

05 2022 г.



АКТ

**о внедрении результатов научных исследований  
в рамках диссертационной работы Хусаинова Юлдаша Гамировича**

Научные результаты диссертационной работы Хусаинова Юлдаша Гамировича внедрены на АО «БелЗАН» в виде типового технологического процесса нанесения многослойного покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда с предварительным локальным ионным азотированием в магнитном поле просечных пуансонов.

В разработанном технологическом процессе операция локального ионного азотирования в магнитном поле реализована на модернизированной установке для проведения термической и химико-термической обработки в вакууме ЭЛУ-5М в лаборатории ПНИЛ «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» при Уфимском государственном авиационном техническом университете.

Рабочая группа в составе специалистов ФГБОУ ВО «УГАТУ» и АО «БелЗАН» (представители цеха №14) провела работы по испытанию просечных пуансонов D09001-0061050-110 после нанесения многослойного покрытия с предварительным локальным ионным азотированием в магнитном поле. Производственные испытания проводились на холодновысадочных автоматах M16-S2CNF №44136 цеха №14 по серийной технологии.

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что после комбинированного многослойного упрочнения стойкость инструмента повысилась в 1,5-2 раза в зависимости от типа наносимого износостойкого покрытия.

Главный конструктор, к.т.н.

В.В. Фадеев



УТВЕРЖДАЮ

Начальник ТО

А. А. Фёдоров

«23» 08. 2018 г.

## Предварительный Акт № 149

В цехе №14 на холодновысадочных автоматах M16-S2CNF №44136 проводились испытания просечных пуансонов изготовленных на АО «БелЗАН», с нанесением износостойкого покрытия. Нанесение производилось в УГАТУ.

обозначение изделия	Опытный инструмент		Причина выхода из строя	металла на высадке		
	№ пп	Фактическая стойкость (тыс. шт.)		марка	механика (кгс/мм)	
покрытие №1						
D09001-0061050-110	1	46,1	49,7	износ	Ст20	G=46,48
	2	37,8				G=46,48
	3	62,1				G=46
	4	52,9				G=46,47
покрытие №3						
D09001-0061050-110	1	65,5	57,5	износ	Ст20	G=46
	2	73,5				G=46
	3	44,4				G=48
	4	46,6				G=46
покрытие №4						
D09001-0061050-110	1	48,6	45,8	износ	Ст20	G=47,5
	2	40				G=46
	3	49,5				G=46,47
	4	32,8				G=47
	5	58				G=46

Базовая стойкость просечных пуансонов 1137-6042-03 составляет 30 тыс. шт.

Заключение:

ГОИ:

1. Передать данные о проведенных испытаниях в УГАТУ.
2. По окончанию испытаний составить окончательный акт.

Инженер-технолог I кат.  
Тел: 23-74



Р.М Митина

```
import java.awt.BasicStroke;
import java.awt.BorderLayout;
import java.awt.Container;
import javax.swing.JFrame;
import javax.swing.JPanel;
import javax.swing.JComponent;
import java.awt.Graphics;
import java.awt.Graphics2D;
import java.awt.Color;
import java.awt.GridLayout;
import java.util.function.*;
import java.io.File;
import java.io.FileInputStream;
import java.io.FileNotFoundException;
import java.io.IOException;
import java.text.DecimalFormat;
import java.util.Date;
import java.util.Iterator;
import java.util.logging.Level;
import java.util.logging.Logger;
import org.apache.poi.hssf.usermodel.HSSFCell;
import org.apache.poi.hssf.usermodel.HSSFRow;
import org.apache.poi.hssf.usermodel.HSSFSheet;
import org.apache.poi.hssf.usermodel.HSSFWorkbook;
import static org.apache.poi.hssf.usermodel.HeaderFooter.file;
import javax.swing.JFrame;
import java.awt.geom.Line2D;
import javax.swing.*;
import java.lang.Math;
import org.jfree.chart.*;
import org.jfree.chart.ChartFactory;
import org.jfree.chart.ChartPanel;
import org.jfree.chart.JFreeChart;
import org.jfree.chart.plot.PlotOrientation;
import org.jfree.data.xy.XYDataset;
import org.jfree.data.xy.XYSeries;
import org.jfree.data.xy.XYSeriesCollection;
import org.apache.commons.math3.*;
import static org.apache.commons.math3.special.Erf.erf;
import org.jfree.chart.axis.NumberAxis;
import org.jfree.chart.axis.ValueAxis;
import org.jfree.chart.plot.XYPlot;
import org.jfree.chart.renderer.xy.XYSplineRenderer;
import org.jfree.chart.ui.RectangleInsets;
import org.jfree.data.category.DefaultCategoryDataset;
import org.jfree.data.general.Dataset;
import org.jfree.ui.RefineryUtilities;

public class NewJFrame extends javax.swing.JFrame {
    double dn, Dn, D, h, E1, E2, Cs;
```

```

public NewJFrame() {
    initComponents();
    //jPanell.setSize(300, 300);

jTextField1.setText(String.valueOf(jSlider1.getValue()));
jTextField2.setText("0");
jTextField3.setText("0");
jTextField4.setText("0");
jTextField5.setText("0");
jTextField6.setText("0");
//jTextField7.setText("0");
jTextField8.setText("0");
jTextField9.setText("0");
jTextField10.setText("0");
jTextField11.setText("0");
jTextField12.setText("0");
jTextField13.setText("0");
jTextField15.setText("0");
jTextField18.setText("0");
int val = jSlider1.getValue();
int width = 50;
int height = 50;
Hexagon[][] grid = new Hexagon[height][width];
for(int row = 0; row < height; row++) {
    for(int col = 0; col < width; col++) {
        grid[row][col] = new Hexagon(row, col, val);
    }
}
jPanell.setLayout(new GridLayout());
jPanell.add(new JComponent() {
    @Override public void paint(Graphics g) {
        g.setColor(new Color(0xFF, 0xFF, 0xFF));
        g.fillRect(0,0,1000,1000);
        g.setColor(new Color(0,0,0));
        int[] xs = new int[6];
        int[] ys = new int[6];
        for (Hexagon[] row : grid) {
            for (Hexagon h: row) {
                int[] i = {0};
                h.foreachVertex((x, y) -> {
                    xs[i[0]] = (int)((double)x);
                    ys[i[0]] = (int)((double)y);
                    i[0]++;
                });
                g.drawPolygon(xs, ys, 6);
            }
        }
    }
},0);
}
// private static long serialVersionUID = 1L;
private static double H = Math.sqrt(3) / 2;
static class Hexagon {

```

```

int row;
int col;
double sideLength;
public Hexagon(int r, int c, double a) {
    this.row = r;
    this.col = c;
    this.sideLength = a;
}

double getCenterX() {
    return 2 * H * sideLength * (col + (row % 2) * 0.5);
}

double getCenterY() {
    return 3 * sideLength / 2 * row;
}

void foreachVertex(BiConsumer<Double, Double> f) {
    double cx = getCenterX();
    double cy = getCenterY();
    f.accept(cx + 0, cy + sideLength);
    f.accept(cx - H * sideLength, cy + 0.5 * sideLength);
    f.accept(cx - H * sideLength, cy - 0.5 * sideLength);
    f.accept(cx + 0, cy - sideLength);
    f.accept(cx + H * sideLength, cy - 0.5 * sideLength);
    f.accept(cx + H * sideLength, cy + 0.5 * sideLength);
}

}

double coefficient(int cell_count, double val_text){
//идентификатор доступа, функция статична, тип возвращаемого
значения и имя функции без параметров
    FileInputStream inputStream = null;
    try
    {
        inputStream = new FileInputStream(new
File("E:/Диссертация/data.xls"));
        HSSFWorkbook workbook = new
HSSFWorkbook(inputStream);
        HSSFSheet myExcelSheet = workbook.getSheet("Лист1");
        HSSFRow row = myExcelSheet.getRow(0);
        double kof = 0;
        for (int znach = 1; znach < 41; znach++)
        {
            double pr =
row.getCell(znach).getNumericCellValue();
            if (pr==val_text)
            {
                HSSFRow row1 =
myExcelSheet.getRow(cell_count);
                kof =
row1.getCell(znach).getNumericCellValue();
                break;
            }
        }
    }
}

```



```

        workbook.close();
        return kof;

    } catch (FileNotFoundException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
    } catch (IOException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
    } finally {
        try {
            inputStream.close();
        } catch (IOException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
        }
    }
    int n = 10; //создание переменной со значением
    return n; //возврат значения при вызове данной функции
}
double[] cof_en(double temp){ //идентификатор доступа,
функция статична, тип возвращаемого значения и имя функции без
параметров
    FileInputStream inputStream = null;
    try
    {
        inputStream = new FileInputStream(new
File("E:/Диссертация/cons.xls"));
        HSSFWorkbook workbook = new
HSSFWorkbook(inputStream);
        HSSFSheet myExcelSheet = workbook.getSheet("Лист1");
        HSSFRow row = myExcelSheet.getRow(0);
        double b1 = 0, b2=0, Cay = 0, Cya = 0, Cyе = 0, Cey = 0;
        //double[] randomArray = new double[4];
        for (int znach = 1; znach < 20; znach++)
        {
            double znach_temp =
row.getCell(znach).getNumericCellValue();
            if (znach_temp==temp)
            {
                HSSFRow row5 = myExcelSheet.getRow(5);
                b1 =
row5.getCell(znach).getNumericCellValue();
                HSSFRow row6 = myExcelSheet.getRow(6);
                b2 =
row6.getCell(znach).getNumericCellValue();
                HSSFRow row1 = myExcelSheet.getRow(1);
                Cay =
row1.getCell(znach).getNumericCellValue();
                HSSFRow row2 = myExcelSheet.getRow(2);

```

```

        Cya =
row2.getCell(znach).getNumericCellValue();
        HSSFRow row3 = myExcelSheet.getRow(3);
        Cye =
row3.getCell(znach).getNumericCellValue();
        HSSFRow row4 = myExcelSheet.getRow(4);
        Cey =
row4.getCell(znach).getNumericCellValue();
        break;
    }
}
workbook.close();
double[] randomArray = new double[] {b1, b2, Cay,
Cya, Cye, Cey};
return randomArray;
} catch (FileNotFoundException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
} catch (IOException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
} finally {
    try {
        inputStream.close();
    } catch (IOException ex) {

Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).log(Level.SEVERE,
null, ex);
}
}
return null;

}

public static final long serialVersionUID = 1L;
public NewJFrame(final String title)
public JFreeChart createChart(double val_Cs)
{
    JFreeChart chart = ChartFactory.createXYLineChart(
        "Зависимость концентрации азота от расстояния от
поверхности",
        "x, мм", // x axis label
        "C, %", // y axis label
        null, // data
        PlotOrientation.VERTICAL,
        true, // include legend
        false, // tooltips
        false // urls
    );
    chart.setBackgroundPaint(Color.white);
}

```

```

XYPlot plot = chart.getXYPlot();
    plot.setBackgroundPaint(new Color(232, 232, 232));
    plot.setDomainGridlinePaint(Color.gray);
    plot.setRangeGridlinePaint(Color.gray);
    // Определение отступа меток делений
plot.setAxisOffset(new RectangleInsets (1.0, 1.0, 1.0,
1.0));
    // Скрытие осевых линий и меток делений
ValueAxis axis = plot.getDomainAxis();
axis.setAxisLineVisible (false);    // осевая линия
    // Настройка NumberAxis
NumberAxis rangeAxis = (NumberAxis) plot.getRangeAxis();
    rangeAxis.setAxisLineVisible (false);

rangeAxis.setStandardTickUnits(NumberAxis.createIntegerTickUnits
());
    // Настройка XYSplineRenderer
// Precision: the number of line segments between 2 points
[default: 5]
XYSplineRenderer r0 = new XYSplineRenderer();
    r0.setPrecision(8);
    r0.setSeriesShapesVisible (0, false);

    XYSeries series1 = new XYSeries("Профиль концентрации");
    series1.add( 0.0, val_Cs);
    series1.add( 2.0, 6.0);
    series1.add( 4.0, 5.0);
    series1.add( 5.0, 3.0);
    XYSeriesCollection    dataset    =    new
XYSeriesCollection();
    dataset.addSeries(series1);
    XYDataset dataset0 = dataset;
    plot.setDataset(0, dataset0);

    // Подключение Spline Renderer к наборам данных
plot.setRenderer(0, r0);

return chart;
}

private void initComponents() {
    JLabel1 = new javax.swing.JLabel();
    JPanel1 = new javax.swing.JPanel();
    JTextField1 = new javax.swing.JTextField();
    JSlider1 = new javax.swing.JSlider();
    JLabel2 = new javax.swing.JLabel();
    JLabel3 = new javax.swing.JLabel();
    JLabel4 = new javax.swing.JLabel();
    JLabel5 = new javax.swing.JLabel();
    JLabel6 = new javax.swing.JLabel();
    JTextField2 = new javax.swing.JTextField();
    JTextField3 = new javax.swing.JTextField();

```

```

jTextField4 = new javax.swing.JTextField();
jLabel7 = new javax.swing.JLabel();
jLabel8 = new javax.swing.JLabel();
jLabel9 = new javax.swing.JLabel();
jTextField5 = new javax.swing.JTextField();
jTextField6 = new javax.swing.JTextField();
jLabel11 = new javax.swing.JLabel();
jLabel12 = new javax.swing.JLabel();
jTextField8 = new javax.swing.JTextField();
jTextField9 = new javax.swing.JTextField();
jTextField10 = new javax.swing.JTextField();
jLabel13 = new javax.swing.JLabel();
jLabel14 = new javax.swing.JLabel();
jLabel15 = new javax.swing.JLabel();
jTextField11 = new javax.swing.JTextField();
jTextField12 = new javax.swing.JTextField();
jTextField13 = new javax.swing.JTextField();
jLabel16 = new javax.swing.JLabel();
jLabel17 = new javax.swing.JLabel();
jButton3 = new javax.swing.JButton();
jTextField15 = new javax.swing.JTextField();
jButton4 = new javax.swing.JButton();
jButton5 = new javax.swing.JButton();
jTextField18 = new javax.swing.JTextField();
jLabel10 = new javax.swing.JLabel();

setDefaultCloseOperation(javax.swing.WindowConstants.EXIT_ON_CLOSE);
setTitle("Моделирование диффузионного насыщения в
зависимости о размера зерна - Гималетдинова И.Н. КТО-249М");
setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100, 10));

jLabel1.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
jLabel1.setText("Средний размер зерна (мкм):");

jPanel1.setBackground(new java.awt.Color(255, 255, 255));
jPanel1.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(300,
300));

javax.swing.GroupLayout jPanel1Layout = new
javax.swing.GroupLayout(jPanel1);
jPanel1.setLayout(jPanel1Layout);
jPanel1Layout.setHorizontalGroup(

jPanel1Layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment
LEADING)
.addGap(0, 327, Short.MAX_VALUE)
);
jPanel1Layout.setVerticalGroup(

jPanel1Layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment
LEADING)

```

```

        .addGap(0, 300, Short.MAX_VALUE)
    );
    jTextField1.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
    jTextField1.setText("jTextField1");
    jSlider1.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 12)); //
NOI18N
    jSlider1.setMajorTickSpacing(100);
    jSlider1.setMaximum(1000);
    jSlider1.setMinorTickSpacing(50);
    jSlider1.setPaintLabels(true);
    jSlider1.setPaintTicks(true);
    jSlider1.setSnapToTicks(true);
    jSlider1.addChangeListener(new
javax.swing.event.ChangeListener() {
        public void
stateChanged(javax.swing.event.ChangeEvent evt) {
            jSlider1StateChanged(evt);
        }
    });
    jLabel2.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
    jLabel2.setText("Визуализация гексогональной структуры
зерна:");
    jLabel3.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
    jLabel3.setText("Выберите легирующие элементы и их
процентное содержание:");
    jLabel4.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
    jLabel4.setText("Cr, %:");
    jLabel5.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
    jLabel5.setText("Al, %:");
    jLabel6.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
    jLabel6.setText("Mo, %:");
    jTextField2.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
    jTextField2.setText("jTextField1");
    jTextField2.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
    jTextField2.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
    jTextField3.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
    jTextField3.setText("jTextField1");
    jTextField3.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
    jTextField3.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
    jTextField4.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N

```

```

        jTextField4.setText("jTextField1");
        jTextField4.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField4.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));

        jLabel7.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel7.setText("Введите параметры, при которых
происходит азотирование:");
        jLabel8.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel8.setText("Т, °С:");
        jLabel9.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel9.setText("t, ч.");
        jTextField5.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField5.setText("jTextField1");
        jTextField5.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField5.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jTextField6.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField6.setText("jTextField1");
        jTextField6.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField6.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jLabel11.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel11.setText("Построить график зависимости
концентрации азота от расстояния от поверхности");
        jLabel12.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel12.setText("Mn, %:");
        jTextField8.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField8.setText("jTextField1");
        jTextField8.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField8.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jTextField9.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField9.setText("jTextField1");
        jTextField9.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField9.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));

```

```

        jTextField10.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField10.setText("jTextField1");
        jTextField10.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField10.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jLabel13.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel13.setText("Si, %:");
        jLabel14.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel14.setText("V, %:");
        jLabel15.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel15.setText("C, %:");
        jTextField11.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField11.setText("jTextField1");
        jTextField11.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField11.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jTextField12.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField12.setText("jTextField1");
        jTextField12.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField12.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jTextField13.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14));
// NOI18N
        jTextField13.setText("jTextField1");
        jTextField13.setMinimumSize(new java.awt.Dimension(100,
10));
        jTextField13.setPreferredSize(new java.awt.Dimension(100,
25));
        jLabel16.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel16.setText("Ni, %:");
        jLabel17.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jLabel17.setText("W, %:");
        jButton3.setFont(new java.awt.Font("Tahoma", 0, 14)); //
NOI18N
        jButton3.setText("Вычислить коэффициент диффузии D");
        jButton3.addActionListener(new
java.awt.event.ActionListener() {
            public void
actionPerformed(java.awt.event.ActionEvent evt) {
                jButton3ActionPerformed(evt);
            }
        });

```





```

        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addContainerGap()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)

.addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addComponent(jLabel8)
            .addGap(24, 24, 24)
            .addComponent(jTextField5,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
            .addGap(26, 26, 26)
            .addComponent(jLabel9)
            .addGap(24, 24, 24)
            .addComponent(jTextField6,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addGroup(layout.createSequentialGroup()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
            .addComponent(jButton3)
            .addComponent(jLabel10,
javax.swing.GroupLayout.Alignment.TRAILING))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRE
LATED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
            .addComponent(jTextField15,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE, 197,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
            .addComponent(jTextField18,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE, 197,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addGap(10, 10, 10)
            .addComponent(jLabel7))
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addGap(10, 10, 10)
            .addComponent(jLabel3))
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addGap(19, 19, 19)
            .addComponent(jLabel11)

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRE
LATED)

```

```

        .addComponent(jTextField1,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addGap(10, 10, 10)
            .addComponent(jSlider1,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addGap(10, 10, 10)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)

.addGroup(layout.createSequentialGroup()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
            .addComponent(jLabel4)
            .addComponent(jLabel5))
        .addGap(22, 22, 22)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.TRAILING)
            .addComponent(jTextField3,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
            .addComponent(jTextField2,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))

.addGroup(layout.createSequentialGroup()
            .addComponent(jLabel6)
            .addGap(18, 18, 18)
            .addComponent(jTextField4,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))
        .addGap(18, 18, 18)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
            .addComponent(jLabel13)
            .addComponent(jLabel14)
            .addComponent(jLabel12))
        .addGap(18, 18, 18)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)

```

```

        .addComponent(jTextField10,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
        .addComponent(jTextField9,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
        .addComponent(jTextField8,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))
        .addGap(18, 18, 18)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
        .addComponent(jLabel16)
        .addComponent(jLabel17)
        .addComponent(jLabel15))
        .addGap(18, 18, 18)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
        .addComponent(jTextField11,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
        .addComponent(jTextField12,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
        .addComponent(jTextField13,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELA
TED, 67, Short.MAX_VALUE)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING, false)
        .addComponent(jPanel1,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE, 327, Short.MAX_VALUE)
        .addComponent(jLabel2,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE, Short.MAX_VALUE))
        .addGap(38, 38, 38)
        .addGroup(layout.createSequentialGroup())

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.TRAILING)

```

```

.addGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.LEADING,
layout.createSequentialGroup()
        .addContainerGap()
        .addComponent(jButton5)
        .addComponent(jLabel11)
        .addGap(0, 0, Short.MAX_VALUE)
.addGroup(layout.createSequentialGroup()
        .addContainerGap()
        .addComponent(jButton4)

.addContainerGap(javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
Short.MAX_VALUE)
        );
        layout.setVerticalGroup(

layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.LEA
DING)
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()
        .addContainerGap()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)
        .addGroup(layout.createSequentialGroup()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.BASELINE)
        .addComponent(jLabel1)
        .addComponent(jTextField1,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELA
TED)
        .addComponent(jSlider1,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
        .addGap(18, 18, 18)
        .addComponent(jLabel3)
        .addGap(18, 18, 18)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)

.addGroup(layout.createSequentialGroup()

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.LEADING)

.addGroup(layout.createSequentialGroup()

```

```
.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel4)

.addComponent(jTextField2,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel5)

.addComponent(jTextField3,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel6)

.addComponent(jTextField4,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addGroup(layout.createSequentialGroup())

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel13)

.addComponent(jTextField8,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)
```

```

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel14)

.addComponent(jTextField9,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

.addComponent(jLabel12)

.addComponent(jTextField10,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

                                .addComponent(jLabel7)

.addGroup(layout.createSequentialGroup())

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

                                .addComponent(jLabel16)
                                .addComponent(jTextField11,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Alignment.BASELINE)

                                .addComponent(jLabel17)
                                .addComponent(jTextField12,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.UNRELATED)

```

```

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.BASELINE)
                                .addComponent(jLabel15)
                                .addComponent(jTextField13,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELA
TED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.BASELINE)
                                .addComponent(jLabel8)
                                .addComponent(jTextField5,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE, Short.MAX_VALUE)
                                .addComponent(jLabel9)
                                .addComponent(jTextField6,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELA
TED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.BASELINE)
                                .addComponent(jButton3)
                                .addComponent(jTextField15,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE, Short.MAX_VALUE))

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELA
TED)

.addGroup(layout.createParallelGroup(javax.swing.GroupLayout.Ali
gnment.BASELINE)
                                .addComponent(jTextField18,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)
                                .addComponent(jLabel10))
                                .addGap(47, 47, 47))
.addGroup(layout.createSequentialGroup()
                                .addComponent(jLabel2)
                                .addGap(14, 14, 14)
                                .addComponent(jPanel1,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE,
javax.swing.GroupLayout.PREFERRED_SIZE)

```



```

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELATIVE, javax.swing.GroupLayout.DEFAULT_SIZE, Short.MAX_VALUE))
    .addComponent(jLabel11)
    .addGap(18, 18, 18)
    .addComponent(jButton5)

.addPreferredGap(javax.swing.LayoutStyle.ComponentPlacement.RELATIVE)
    .addComponent(jButton4)
    .addGap(159, 159, 159)
);

pack();
} // </editor-fold>

private void
jSlider1StateChanged(javax.swing.event.ChangeEvent evt) {
    // TODO add your handling code here:

jTextField1.setText(String.valueOf(jSlider1.getValue()));
    int val = jSlider1.getValue()/10;
    int width = 1000/val;
    int height = 1000/val;
    Hexagon[][] grid = new Hexagon[height][width];
    for(int row = 0; row < height; row++) {
        for(int col = 0; col < width; col++) {
            grid[row][col] = new Hexagon(row, col,
Double.valueOf(val));
        }
    }

    jPanell1.remove(0);
    //jPanell1.repaint();
    jPanell1.add(new JComponent() {
        @Override public void paint(Graphics g) {
            g.setColor(new Color(0xFF, 0xFF, 0xFF));
            g.fillRect(0,0,1000,1000);
            g.setColor(new Color(0,0,0));
            int[] xs = new int[6];
            int[] ys = new int[6];
            for (Hexagon[] row : grid) {
                for (Hexagon h: row) {
                    int[] i = {0};
                    h.foreachVertex((x, y) -> {
                        xs[i[0]] = (int)((double)x);
                        ys[i[0]] = (int)((double)y);
                        i[0]++;
                    });
                    g.drawPolygon(xs, ys, 6);
                }
            }
        }
    });
}
}

```

```

    }
    },0);
    //setBounds(0, 0, 500, 500);
    setDefaultCloseOperation(JFrame.EXIT_ON_CLOSE);
    setVisible(true);
    try {
        Thread.sleep(100);
    } catch (Throwable e) {

    } finally {
        jPanel1.repaint();
    }
}

private void
jButton3ActionPerformed(java.awt.event.ActionEvent evt) {
    // TODO add your handling code here:
    //double val=Double.valueOf(jTextField2.getText());
    double cof=1, cofSi=1, cofV=1, cofMn=1, cofNi=1, cofCr=1,
    cofMo=1, cofW=1, cofC=1, cofAl=1, T, R=8.31446261815324;
        if (Double.valueOf(jTextField2.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField2.getText()) <
4){cofCr=coefficient(5,Double.valueOf(jTextField2.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField3.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField3.getText()) <
4){cofAl=coefficient(9,Double.valueOf(jTextField3.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField4.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField4.getText()) <
4){cofMo=coefficient(6,Double.valueOf(jTextField4.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField8.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField8.getText()) <
4){cofSi=coefficient(1,Double.valueOf(jTextField8.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField9.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField9.getText()) <
4){cofV=coefficient(2,Double.valueOf(jTextField9.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField10.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField10.getText()) <
4){cofMn=coefficient(3,Double.valueOf(jTextField10.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField11.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField11.getText()) <
4){cofNi=coefficient(4,Double.valueOf(jTextField11.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField12.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField12.getText()) <
4){cofW=coefficient(8,Double.valueOf(jTextField12.getText()));}
        if (Double.valueOf(jTextField13.getText()) > 0 &&
Double.valueOf(jTextField13.getText()) <
4){cofC=coefficient(9,Double.valueOf(jTextField13.getText()));}
        cof=cofSi * cofV * cofMn * cofNi * cofCr * cofMo *
cofW * cofC * cofAl;
        //jTextField14.setText(String.valueOf(cof));
        T=Double.valueOf(jTextField11.getText())+273;
        Dn=6.6*Math.pow(10,-3)*Math.exp(-18600.0/(T*R))*cof;

```

```

D=Dn+(0.5*0.5*0.5)/(jSlider1.getValue()+0.5*0.5)*(5.4*Math.pow(1
0,-14)-Dn);

        //String          formattedDouble          =          new
DecimalFormat("#0.0000").format(Dn);
        jTextField15.setText(String.valueOf(D));
    }

    private          void
jButton4ActionPerformed(java.awt.event.ActionEvent evt) {
    // TODO add your handling code here:
    double
result[]=cof_en(Double.valueOf(jTextField5.getText()));

E1=2*result[1]*Math.sqrt(D*Double.valueOf(jTextField6.getText()
));

E2=2*result[0]*Math.sqrt(D*Double.valueOf(jTextField6.getText()
));
//        jTextField17.setText(String.valueOf(E1));
XYSeries series = new XYSeries("C(x)");
double Ce,Cy,Ca,t;
Cs=Double.valueOf(jTextField18.getText());
t=Double.valueOf(jTextField6.getText());
for(double i = 0; i < E1; i+=(E1/1000)){
Ce=Cs+(((result[5]-
Cs)*erf(i/(2*Math.sqrt(D*t))))/erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t))));
    series.add(i, Ce);
    }
    series.add(E1, result[4]);
    for(double i = E1; i < E2; i+=(E2/1000)){
    Cy=result[4]-((result[4]-
result[3])/(erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t)))-
erf(E2/(2*Math.sqrt(D*t))))*(erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t)))-
erf(E2/(2*Math.sqrt(D*t)))));
    series.add(i, Cy);
    }
    series.add(E2, result[2]);
    XYDataset xyDataset = new XYSeriesCollection(series);
    JFreeChart chart = ChartFactory
        .createXYLineChart("Зависимость концентрации азота от
расстояния от поверхности", "x, мм", "C, %",
        xyDataset,
        PlotOrientation.VERTICAL,
        true, true, true);

    JFrame frame =
        new JFrame("MinimalStaticChart");
    // Помещаем график на фрейм
    /* jPanel2.add(new ChartPanel(chart),BorderLayout.CENTER);
jPanel2.validate();
jPanel2.setVisible(true);*/

```

```

frame.getContentPane()
    .add(new ChartPanel(chart));
frame.setSize(600,600);
frame.show();
}

private void
jButton5ActionPerformed(java.awt.event.ActionEvent evt) {
    // TODO add your handling code here:
    //JFreeChart chart = createChart(Cs);
    JFreeChart chart = ChartFactory.createXYLineChart(
        "Зависимость концентрации азота от расстояния от
поверхности",
        "x, мм", // x axis label
        "C, %", // y axis label
        null, // data
        PlotOrientation.VERTICAL,
        true, // include legend
        false, // tooltips
        false // urls
    );

    chart.setBackgroundPaint(Color.white);

    XYPlot plot = chart.getXYPlot();
    plot.setBackgroundPaint(new Color(232, 232, 232));
    plot.setDomainGridlinePaint(Color.gray);
    plot.setRangeGridlinePaint (Color.gray);

    // Определение отступа меток делений
    plot.setAxisOffset(new RectangleInsets (1.0, 1.0, 1.0,
1.0));

    // Скрытие осевых линий и меток делений
    ValueAxis axis = plot.getDomainAxis();
    axis.setAxisLineVisible (false); // осевая линия

    // Настройка NumberAxis
    NumberAxis rangeAxis = (NumberAxis) plot.getRangeAxis();
    rangeAxis.setAxisLineVisible (false);

    rangeAxis.setStandardTickUnits(NumberAxis.createIntegerTickUnits
());

    // Настройка XYSplineRenderer
    // Precision: the number of line segments between 2 points
[default: 5]
    XYSplineRenderer r0 = new XYSplineRenderer();
    r0.setPrecision(8);
    r0.setSeriesPaint (0, Color.black);
    r0.setSeriesShapesVisible (0, false);
    r0.setSeriesStroke (0, new BasicStroke(2.5f));
    XYSplineRenderer r1 = new XYSplineRenderer();

```

```

        r1.setPrecision(8);
        r1.setSeriesPaint          (0, Color.red);
        r1.setSeriesShapesVisible (0, false);
        r1.setSeriesStroke        (0, new BasicStroke(2.5f));
        XYsplineRenderer r2 = new XYsplineRenderer();
        r2.setPrecision(8);
        r2.setSeriesPaint          (0, Color.blue);
        r2.setSeriesShapesVisible (0, false);
        r2.setSeriesStroke        (0, new BasicStroke(2.5f));
        XYsplineRenderer r3 = new XYsplineRenderer();
        r3.setPrecision(8);
        r3.setSeriesPaint          (0, Color.orange);
        r3.setSeriesShapesVisible (0, false);
        r3.setSeriesStroke        (0, new BasicStroke(2.5f));
        XYsplineRenderer r4 = new XYsplineRenderer();
        r4.setPrecision(8);
        r4.setSeriesPaint          (0, Color.green);
        r4.setSeriesShapesVisible (0, false);
        r4.setSeriesStroke        (0, new BasicStroke(2.5f));
        double
result[]=cof_en(Double.valueOf(jTextField5.getText()));

E1=2*result[1]*Math.sqrt(D*Double.valueOf(jTextField6.getText())
);

E2=2*result[0]*Math.sqrt(D*Double.valueOf(jTextField6.getText())
);

        XYSeries series = new XYSeries("Cε");
        XYSeries series1 = new XYSeries("Cεy'-Cy'ε");
        XYSeries series2 = new XYSeries("Cy'");
        XYSeries series3 = new XYSeries("Cy'α-Cαy'");
        XYSeries series4 = new XYSeries("Cα");
        double Ce=0,Cy=0,Ca,t;
        Cs=Double.valueOf(jTextField18.getText());
        t=Double.valueOf(jTextField6.getText());
        for(double i = 0; i <= E1; i+=(E1/100)){
            Ce=Cs+(((result[5]-
Cs)*erf(i/(2*Math.sqrt(D*t)))/erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t)))));
            series.add(i, Ce);
        }
        series1.add(E1, Ce);
        series1.add(E1, result[4]);
        //series2.add(E1, result[4]);
        for(double i = E1; i <= E2; i+=(E2/1000)){
            //          Cyε          Cyα
            Cy=result[4]-((result[4]-
result[3])*(erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t)))-
erf(i/(2*Math.sqrt(D*t))))/(erf(E1/(2*Math.sqrt(D*t)))-
erf(E2/(2*Math.sqrt(D*t)))));
            series2.add(i, Cy);
        }

```

```

series2.add(E2, Cy);
series3.add(E2, Cy);
        // Cay
series3.add(E2, result[2]);
//    jTextField17.setText(String.valueOf(result[3]));
for(double i = E2; i <= 0.01; i+=(1.5/1000)){
//        Cyе            Cya

Ca=result[2]*erf(E2/(2*Math.sqrt(D*t)))/erf(i/(2*Math.sqrt(D*t)
));

series4.add(i, Ca);
}
//series3.add(E1, result[4]);
XYSeriesCollection dataset = new XYSeriesCollection();
dataset.addSeries(series);
XYSeriesCollection dataset1 = new XYSeriesCollection();
dataset1.addSeries(series1);
XYSeriesCollection dataset2 = new XYSeriesCollection();
dataset2.addSeries(series2);
XYSeriesCollection dataset3 = new XYSeriesCollection();
dataset3.addSeries(series3);
XYSeriesCollection dataset4 = new XYSeriesCollection();
dataset4.addSeries(series4);

XYDataset dataset0 = dataset;
XYDataset dataset11 = dataset1;
XYDataset dataset22 = dataset2;
XYDataset dataset33 = dataset3;
XYDataset dataset44 = dataset4;

plot.setDataset(0, dataset0);
plot.setDataset(1, dataset11);
plot.setDataset(2, dataset22);
plot.setDataset(3, dataset33);
plot.setDataset(4, dataset44);

// Подключение Spline Renderer к наборам данных
plot.setRenderer(0, r0);
plot.setRenderer(1, r1);
plot.setRenderer(2, r2);
plot.setRenderer(3, r3);
plot.setRenderer(4, r4);
JFrame frame =
    new JFrame("Зависимость концентрации азота от
расстояния от поверхности");
frame.getContentPane()
    .add(new ChartPanel(chart));
frame.setSize(600,600);
frame.show();
}

public static void main(String args[]) {
    try {

```

```

        for (javax.swing.UIManager.LookAndFeelInfo info :
javax.swing.UIManager.getInstalledLookAndFeels()) {
            if ("Nimbus".equals(info.getName())) {

javax.swing.UIManager.setLookAndFeel(info.getClassName());
                break;
            }
        }
    } catch (ClassNotFoundException ex) {

java.util.logging.Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).lo
g(java.util.logging.Level.SEVERE, null, ex);
        } catch (InstantiationException ex) {

java.util.logging.Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).lo
g(java.util.logging.Level.SEVERE, null, ex);
        } catch (IllegalAccessException ex) {

java.util.logging.Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).lo
g(java.util.logging.Level.SEVERE, null, ex);
        } catch (javax.swing.UnsupportedLookAndFeelException ex)
{

java.util.logging.Logger.getLogger(NewJFrame.class.getName()).lo
g(java.util.logging.Level.SEVERE, null, ex);
        }
    }
    //</editor-fold>
    java.awt.EventQueue.invokeLater(new Runnable() {
        public void run() {
            new NewJFrame().setVisible(true);
        }
    });
}

private javax.swing.JButton jButton3;
private javax.swing.JButton jButton4;
private javax.swing.JButton jButton5;
private javax.swing.JLabel jLabel1;
private javax.swing.JLabel jLabel10;
private javax.swing.JLabel jLabel11;
private javax.swing.JLabel jLabel12;
private javax.swing.JLabel jLabel13;
private javax.swing.JLabel jLabel14;
private javax.swing.JLabel jLabel15;
private javax.swing.JLabel jLabel16;
private javax.swing.JLabel jLabel17;
private javax.swing.JLabel jLabel2;
private javax.swing.JLabel jLabel3;
private javax.swing.JLabel jLabel4;
private javax.swing.JLabel jLabel5;
private javax.swing.JLabel jLabel6;
private javax.swing.JLabel jLabel7;
private javax.swing.JLabel jLabel8;

```

```
private javax.swing.JLabel jLabel19;  
private javax.swing.JPanel jPanel1;  
private javax.swing.JSlider jSlider1;  
private javax.swing.JTextField jTextField1;  
private javax.swing.JTextField jTextField10;  
private javax.swing.JTextField jTextField11;  
private javax.swing.JTextField jTextField12;  
private javax.swing.JTextField jTextField13;  
private javax.swing.JTextField jTextField15;  
private javax.swing.JTextField jTextField18;  
private javax.swing.JTextField jTextField2;  
private javax.swing.JTextField jTextField3;  
private javax.swing.JTextField jTextField4;  
private javax.swing.JTextField jTextField5;  
private javax.swing.JTextField jTextField6;  
private javax.swing.JTextField jTextField8;  
private javax.swing.JTextField jTextField9;
```



<u>Дубл.</u>						
<u>Взам.</u>						
<u>Подп.</u>						
<u>Изм.</u>	<u>Лист.</u>	<u>№ докум.</u>	<u>Подпись</u>	<u>Дата</u>		
			1	13		

**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**

**ФГБОУ ВПО "Уфимский государственный авиационный технический университет"**

**ИНИЛ "Технологий покрытий и специальных свойств поверхностей"**

**СОГЛАСОВАНО**

Зам. гл. металлурга ОАО "УМПО"  
Яковлев Г.С.  
"07" 05 2015г.

**УТВЕРЖДАЮ**

И.о. проректора по НИИД  
Хисамутдинов Р.А.  
"08" 05 2015г.

**КОМПЛЕКТ**

**ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ**

на перспективный типовой технологический процесс  
локального ионного азотирования деталей типа "Шестерня" в тлеющем разряде  
с эффектом полого катода

Зам. нач. цеха по техн. части  
Бабенко Н.С.  
"16" 05 2015г.

Зав. лабораторией  
Габиташвили С.О.  
" " \_\_\_\_\_ 2015г.

**ОТВЕТСТВЕННЫЙ ИСПОЛНИТЕЛЬ**

Старший научный сотрудник  
Рамазанов К.Н.  
" " \_\_\_\_\_ 2015г.

Младший научный сотрудник  
Хусаинов Ю.Г.  
" " \_\_\_\_\_ 2015г.

**ТЛ**



























