

Received: 27.09.2023

Revised: 11.12.2023


Accepted: 29.12.2023


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.098-106

A STATISTICAL METHOD FOR DETERMINING THE MODE OF ION-PLASMA NITRIDING

V. R. Baraz^{a)}, E. A. Ishina^{b)*}, and E. A. Yurchenkov

Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia

a)  vrbaraz@mail.ru;

b)  e.a.ishina@gmail.com

*Corresponding author. E-mail: e.a.ishina@gmail.com

Address for correspondence: ul. Mira, 28, Ekaterinburg, 620078, Russia

Mathematical planning is used in order to determine the optimal mode for ion nitriding of the 38Cr2Ni2Mo structural steel. This is justified by the requirement to preserve strictly limited functional parameters obtained as a result of diffusion saturation: hardness ranging between 450 and 650 HV in a 0.15–0.40-mm-deep layer. The implementation of factor planning and the regression processing of the obtained data enable us to arrive at an analytical expression in the form of a linear function for the studied optimization parameters (microhardness and layer depth). This makes it possible to assess the degree and direction of the influence of the factors under study on the optimization parameters of interest.

Keywords: ion-plasma nitriding, microstructure, experimental mathematical planning, regression dependencies, depth of nitration

References

1. Filippov, M.A., Kositsyna, I.I., and Gervasyev, M.A. *Poverkhnostnaya obrabotka i pokrytiya v mashinostroenii* [Surface Treatment and Coatings in Mechanical Engineering]. USTU–UPI Publ., Ekaterinburg, 2009, 212 p. (In Russian).
2. Goncharenko, I.A., Zolotukhin, V.I., and Gvozdev, A.E. *Osnovy tekhnologii termicheskoy obrabotki stali* [Fundamentals of Heat Treatment Technology for Steel]. Grif i K. Publ, Tula, 2006, 326 p. (In Russian).
3. Ramazanov, K.N., Agzamov, R.D., Budilov, V.V., Vafin, R.K., and Khusainov, Yu.G. *Ionnoye azotirovanie staley v tleyushchem razryade nizkogo davleniya* [Ion Nitriding of Steels in a Low-Pressure Glow Discharge]. Innovatsionnoe Mashinostroenie Publ., Moscow, 2016, 335 p. (In Russian).
4. Lakhtin, Yu.M., Kogan, Ya.D., Shpis, G., and Bemer, Z. *Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya* [Nitriding Theory and Technology]. Metallurgiya Publ, Moscow, 1991, 320 p. (In Russian).
5. Petrova, L.G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 2001, 43 (1–2), 11–17. DOI: 10.1023/A:1010405819435.
6. Available at: <https://www.spectroscopyonline.com/view/international-centre-diffraction-data> (accessed at: 2016).
7. Babin, A.V. and Rakipov, D.F. *Organizatsiya i matematicheskoe planirovanie eksperimenta* [Organization and Mathematical Planning of the Experiment: Study Guide]. UrFU Publ, Ekaterinburg, 2014, 112 p. (In Russian).
8. Adler, Yu.P., Markova, E.V., and Granovsky, Yu.V. *Planirovaniye eksperimenta pri poiske optimalnykh usloviy* [Planning an Experiment When Searching for Optimal Conditions]. Nauka Publ, Moscow, 1976, 279 p. (In Russian).

9. Lakhtin, Yu.M. and Arzamasov, B.N. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov* [Chemical and Heat Treatment of Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ, 1985, 255 p. (In Russian).
10. Lobanov, M.L. and Zorina, M.A. *Metody opredeleniya koeffitsientov diffuzii* [Methods for Determining Diffusion Coefficients: Study Guide]. Izdatelstvo Uralskogo Universiteta Publ., Ekaterinburg, 2017, 100 p. (In Russian).
11. Merer, H. *Diffuziya v tverdykh telakh* [Diffusion in Solids]. Intellect Publ., Dolgoprudny, 2011, 535 p. (In Russian).

Подана в журнал: 27.09.2023

УДК 621.7.669.017

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.098-106

СТАТИСТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕЖИМА ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

В. Р. Бараз^{а)}, Е. А. Ишина^{б)}, Е. А. Юрченков*ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия*^{а)} ✉ vrbaraz@mail.ru;^{б)} ✉ e.a.ishina@gmail.com*Ответственный автор. Электронная почта: e.a.ishina@gmail.com
Адрес для переписки: ул. Мира, 28, Екатеринбург, 620078, Россия

Выполнено исследование, связанное с применением метода математического планирования эксперимента с целью изыскания оптимального режима ионного азотирования конструкционной стали 38X2H2MA. Особенность выполнения данного исследования обосновывалась требованием сохранения строгого ограничения функциональных показателей результатов диффузионного насыщения: твердость в диапазоне 450–650 HV при сохранении глубины слоя в пределах 0,15–0,40 мм. Реализация факторного планирования и регрессионная обработка полученных данных позволили построить для изученных параметров оптимизации (микротвердости и глубины слоя) аналитическое выражение в виде линейной функции. Это дало возможность оценить степень и направление влияния изучаемых факторов на исследуемые параметры оптимизации.

Ключевые слова: ионно-плазменное азотирование, структурный анализ, метод планирования эксперимента, регрессионные зависимости, микротвердость, глубина азотированного слоя

1. Введение

Эффективной разновидностью процесса диффузионного насыщения азотом поверхностных слоев обрабатываемых изделий является ионно-плазменное азотирование (ИПА) [1–3]. Оно осуществляется в тлеющем разряде, возбуждаемом на поверхности детали (катоде) в атмосфере азотсодержащей газовой среды (аммиак, азот и проч.) в условиях глубокого разрежения. Сам процесс насыщения ведется в стальном контейнере, который является анодом. Такие условия способствуют образованию плазмы, в результате чего создается рабочая среда с заряженными ионами. Ионы азота, входя в зону высокой напряженности, разгоняются до больших скоростей и, соударяясь с деталью, внедряются в ее поверхность, что и формирует на поверхности тонкую азотную пленку. При этом высокая кинетическая энергия, которую имеют ионы азота, переходит в тепловую. В результате деталь за короткое время (примерно 15–30 мин) разогревается до температуры 450–600 °С, при которой происходит диффузия азота вглубь металла.

Такая химико-термическая обработка, в отличие от традиционного газового азотирования в печах, позволяет сократить общую продолжительность процесса (в 1,5–2 раза), создает возможность регулирования процесса с целью получения азотированного слоя с заданными свойствами и оказывается более экологичной [4–5].

В частности, подобная технология используется для азотирования конструкционной стали 38X2H2MA, формально не являющейся классическим примером легированной стали, предназначенной для азотирования (не содержит такой важный элемент, как алюминий).

При этом используемые в настоящее время режимы обработки данной стали не в состоянии обеспечить нужное сочетание функциональных параметров процесса насыщения: диффузионный слой имел твердость выше установленной регламентом, но вместе с тем характеризовался недостаточной глубиной. Поэтому в рамках данного исследования необходимо было изыскать режим химико-термической обработки, обеспечивающий изделию из данной конструкционной стали получение твердости в регламентируемом диапазоне, а именно твердость в интервале 450–650 HV при сохранении глубины слоя в пределах 0,15–0,40 мм.

В этой связи основная цель настоящего исследования – изучить особенности ионно-плазменного азотирования стали марки 38X2H2MA и определить оптимальный режим азотирования, используя метод математического планирования с учетом получения заданных параметров (глубины слоя и величины микротвердости).

2. Материал и методика эксперимента

Объектом исследования служила стандартная конструкционная сталь 38X2H2MA, химический состав которой представлен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав стали 38X2H2MA (масс. %)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu
0,36	0,28	0,38	1,46	1,49	0,22	0,008	0,012	0,17

Исследуемые образцы для азотирования представляли собой прямоугольный параллелепипед со сторонами 10×10×50 мм. Предварительно они были подвергнуты отжигу при температуре 840 °С длительностью 4 часа (с целью получения структурно равновесного состояния). Поскольку типичная предварительная термообработка для азотируемой стали – это улучшение, то стандартная термообработка представляла собой закалку с высоким отпуском. Конкретно для указанной стали температура закалки принималась равной 880 °С, охлаждение в масло, а температура отпуска устанавливалась в интервале 560–600 °С.

Химико-термическая обработка выполнялась на установке для ионного азотирования с тлеющим разрядом типа «ЙОН-50». Для измерения твердости поверхностного азотированного слоя использовался твердомер DuraScan – автоматический универсальный микротвердомер для измерения твердости в микро- и макродиапазонах, использовалась нагрузка 10 кгс. Определение глубины азотированного слоя выполнялось на поперечном шлифе после травления 10 %-м раствором азотной кислоты с помощью металлографического комплекса, включающего оптический микроскоп GX51 и программный блок, обеспечивающий непосредственное измерение глубины диффузионного слоя на полученном изображении. Доверительные интервалы (предельная ошибка измерения) для твердости и глубины слоя составляли соответственно ± 15 HV₁₀ и $\pm 0,005$ мм.

Определение качественного фазового состава производилось с помощью дифрактометра D2 Phaser в кобальтовом K α -излучении. Фазовый анализ выполнялся с использованием международной картотеки дифракционных данных ICDD PDF-4 [6].

3. Результаты и обсуждение

Первоначально было определено влияние температуры отпуска на твердость и глубину диффузионного слоя после ионного азотирования. Использовали стандартную термообработку для этой стали, включающую закалку от 880 °С и последующий отпуск длительностью 2 часа, который исполнялся по двум температурным вариантам: 560 и 600 °С. Само предварительное азотирование закаленной и отпущенной стали осуществлялось по регламентированному режиму: при 525 °С в течение 90 минут.

Полученные данные по твердости и, соответственно, глубине азотированного слоя приведены в табл. 2. Можно отметить очевидную зависимость твердости азотированной стали от температуры отпуска: в указанных экспериментах относительно более высокий отпуск приводит к определенному понижению твердости. Вместе с тем фиксируется практически полное отсутствие влияния указанных режимов отпуска на глубину слоя.

Таблица 2

Значения твердости и глубины азотированного слоя после термообработки по стандартному режиму

№	Температура заковки, °C	Температура отпуска, °C	Твердость после отпуска, HV ₁₀	Твердость после азотирования, HV ₁₀	Глубина слоя, мм
1	880	600	395	750	0,172
2	880	560	425	775	0,171

На рис. 1 представлены металлографическое (см. вставку) и дифракционное изображения азотированного слоя. Микроструктура представляет собой характерное гетерофазное изображение с наличием нитридных выделений преимущественно компактной формы, близкой к равноосной. Отчетливо фиксируются нитридный слой (1), а также зона внутреннего азотирования (2). Наглядная картина фазового состава регистрируется на дифрактограмме. Помимо отражений от матричной фазы (легированного феррита α -Fe), фиксируются рефлексы, отвечающие присутствию нитридных соединений – γ' -фазы с гранецентрированной решеткой (Fe_4N) и более богатой азотом ϵ -фазы с гексагональной решеткой (Fe_3N).

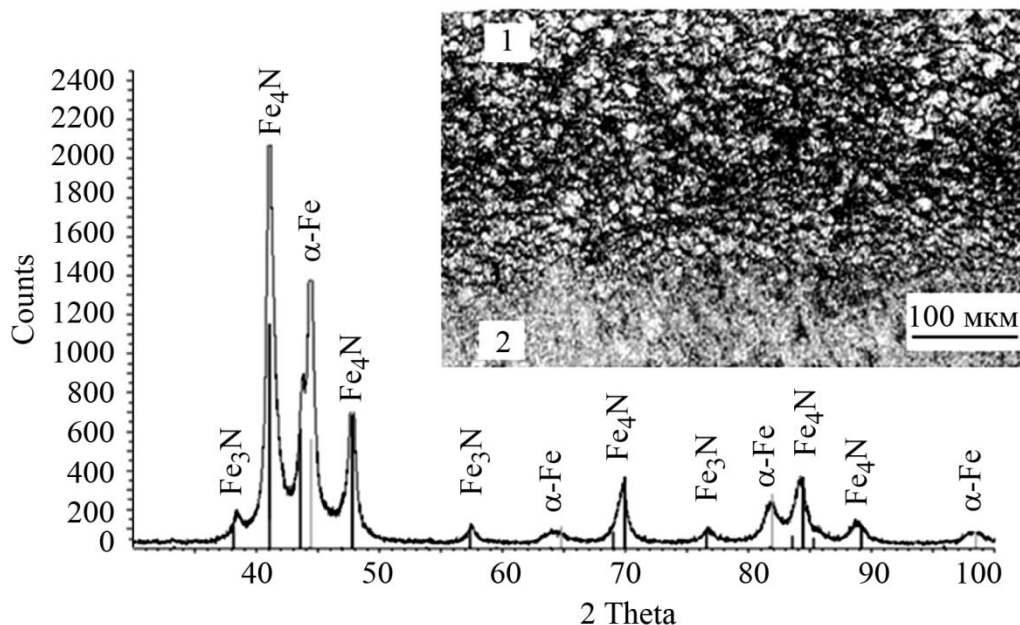


Рис. 1. Дифрактограмма и микроструктура стали 38X2H2MA после ионного азотирования по стандартному режиму

Результаты предварительных экспериментов показали, что можно достаточно эффективно влиять на твердость после азотирования, изменяя температуру отпуска после заковки, однако на глубину слоя такое воздействие практически отсутствует. По этой причине возникает необходимость в проведении более обстоятельного исследования, в котором воздей-

ствующие факторы можно было проанализировать в достаточно широком диапазоне. Здесь представлялось уместным провести эксперименты с использованием математического планирования [7, 8].

Метод планирования эксперимента считается эффективным для решения так называемых экстремальных задач, т. е. когда нужно осуществить поиск оптимальных свойств объекта исследования. Идея метода – так провести опыты, чтобы при их минимальном количестве, варьируя одновременно значения независимых переменных (факторов) по специально сформулированным правилам, найти область оптимума и получить ее математическое выражение.

В настоящей работе в качестве изучаемых факторов были взяты следующие переменные:

- а) температура отпуска после закалки, °С;
- б) температура азотирования, °С;
- в) время азотирования, мин.

В качестве параметров оптимизации были использованы такие показатели, как твердость HV_{10} ($y_{ТВ}$) и глубина азотированного слоя h ($y_{ГЛ}$).

В результате был реализован полный трехфакторный эксперимент типа 2^3 .

Для центра плана (нулевого уровня) были взяты стандартные параметры для данной стали, а именно:

- а) температура отпуска после закалки, равная 580 °С (x_1);
- б) температура азотирования, равная 525 °С (x_2);
- в) время азотирования, равное 60 мин (x_3).

Таким образом, число вариантов опытов с учетом эксперимента в центре плана составляло 9.

В табл. 3 приведены данные о значениях обсуждаемых факторов на нулевом уровне, интервалы их варьирования, а также показатели на верхнем и нижнем уровнях.

Таблица 3

Факторы и интервалы варьирования

Факторы	Температура отпуска, °С	Температура азотирования, °С	Время выдержки, мин
Код	x_1	x_2	x_3
Основной уровень (0)	580	525	60
Интервалы варьирования (J)	20	25	30
Верхний уровень (+1)	600	550	90
Нижний уровень (-1)	560	500	60

В табл. 4 представлена матрица планирования на основе вышеизложенных факторов и интервалов варьирования, а также результаты реализации опытов с указанием полученных значений твердости HV_{10} и толщины слоя h .

Таблица 4

Матрица планирования

Номер опыта	x_1	x_2	x_3	Твердость, HV ₁₀	Глубина слоя h , мм
1	560	500	30	590	0,072
2	600	500	30	525	0,079
3	560	550	30	640	0,115
4	600	550	30	575	0,139
5	560	500	90	670	0,144
6	600	500	90	605	0,139
7	560	550	90	700	0,191
8	600	550	90	645	0,165
9	580	525	60	650	0,123

Была проведена стандартная статистическая обработка результатов опыта. Она включала расчет коэффициентов регрессии, их статистическую значимость, проверку на однородность по G -критерию. Путем сравнения абсолютной величины соответствующего коэффициента с его доверительным интервалом установлено, что для случая совместного взаимодействия (эффект парного и тройного влияния) проверяемые коэффициенты оказались незначимыми. Примечательно, что аналогичная ситуация отмечена и относительно влияния температуры отпуска на глубину слоя. Поэтому в окончательном виде оба уравнения регрессии приобрели следующий вид:

твердость HV₁₀:

$$y_{ТВ} = 618 - 31x_1 + 21x_2 + 35x_3; \quad (1)$$

глубина слоя h , мм:

$$y_{ГЛ} = 0,13 + 89x_2 + 118x_3. \quad (2)$$

Наличие линейной интерпретации полученных зависимостей было доказано проверкой на адекватность самих уравнений с использованием F -критерия (для стандартной вероятности 95 %).

Анализ уравнений регрессии позволяет оценить степень и направление влияния изучаемых факторов на исследуемые параметры оптимизации. На показатели твердости температура отпуска после закалки влияет с обратным знаком (как и следовало ожидать), но в целом воздействие всех факторов находится примерно на одном уровне (хотя можно выделить некоторое приоритетное влияние длительности насыщения). Для глубины слоя чуть большим воздействием характеризуется время выдержки при азотировании, а температура предварительного отпуска статистически не влияет (для изученных условий эксперимента). Это обстоятельство нашло отражение в отсутствии показателя x_1 в уравнении регрессии.

Поскольку задача эксперимента сводилась к получению требуемого сочетания условий проведения азотирования с целью получения заданных технологических показателей (твердости в диапазоне 450–650 HV и глубины слоя в интервале 0,15–0,40 мм), то наиболее приемлемой следует признать обработку по режиму 8, включающему после закалки от 880 °С отпуск при 600 °С в течение 2 ч и последующее ионно-плазменное азотирование при 550 °С длительностью 90 мин. В результате такой обработки твердость достигает 645 HV₁₀, а глубина слоя h – 0,165 мм, что укладывается в требуемые эксплуатационные показатели.

При выполнении операций диффузионного насыщения важное функциональное значение приобретает такой физический показатель, как коэффициент диффузии D . Поэтому в рамках данного исследования был выполнен эмпирический расчет этой характеристики.

Вычисление коэффициента диффузии азота выполнялось по формуле [9, 10]

$$D = x^2 / 2\tau, \quad (3)$$

где D – коэффициент диффузии; x – средняя глубина диффузионного слоя, см; τ – время диффузии, с.

Расчет был выполнен для следующих экспериментальных условий.

1. Для центра плана: температура 525 °С, длительность насыщения 60 мин и глубина слоя 0,123 мм. Рассчитанное значение коэффициента диффузии составило $D_N = 2,2 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$.

2. Для 8 опыта: температура 550 °С, длительность насыщения 90 мин и глубина слоя 0,165 мм. $D_N = 2,5 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$.

Отметим, что полученные значения коэффициента хорошо согласуются с имеющимися табличными данными из литературных источников, описывающих значения коэффициента D_N для случая насыщения в железе при разных температурах и разных фазовых состояниях [11]. Так, в зависимости от концентрации углерода, меняющейся в интервале от 0,01 до 1,40 %, коэффициент диффузии D_N (для 550 °С) лежит в широком диапазоне, а именно $0,05\text{--}2,15 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$. Для указанного химического состава исследованной стали рассчитанные значения коэффициента диффузии азота разумно укладываются в обозначенный интервал.

4. Заключение

Целью работы было исследование изменения поверхностной твердости и глубины азотированного слоя в результате насыщения стали 38Х2Н2МА азотом в установке ионного азотирования, а также подбор оптимальных параметров азотирования по заданным критериям, а именно: по определенному диапазону твердости и величине диффузионного слоя.

Для отыскания оптимального режима азотирования данной стали с использованием метода диффузионного насыщения в режиме тлеющего разряда проведено экспериментальное исследование на основе математического планирования. В качестве изучаемых параметров оптимизации были использованы показатели твердости HV_{10} и глубины слоя h . При этом необходимо было подобрать оптимальный режим насыщения, позволяющий обеспечить регламентированный диапазон этих характеристик в пределах 450–650 HV_{10} и 0,15–0,40 мм глубины слоя h . В результате был получен требуемый результат такой химико-термической обработки, включающей после закалки отпуск при 600 °С (в течение 2 ч) и последующее ионное азотирование при 550 °С длительностью 90 мин. Полученные результаты: твердость 645 HV_{10} и глубина слоя 0,165 мм.

Методом рентгеновского дифракционного исследования был выполнен качественный фазовый анализ образцов. В результате ионного азотирования наблюдаются рефлексы, которые можно интерпретировать как полученные отражением от матричной фазы $\alpha\text{-Fe}$ типа FeCr (легированного хромом феррита). Одновременно регистрируются отражения от фаз, отвечающих присутствию нитридных соединений – γ' -фазы (Fe_4N) и более богатой азотом ε -фазы (Fe_3N).

Литература

1. Филиппов М. А., Косицына И. И., Гервасьев М. А. Поверхностная обработка и покрытия в машиностроении. – Екатеринбург : ГОУ ВПО «УГТУ–УПИ», 2009. – 213 с.
2. Гончаренко И. А., Золотухин В. И., Гвоздев А. Е. Основы технологии термической обработки стали. – Тула : Гриф и К, 2006. – 326 с.
3. Ионное азотирование сталей в тлеющем разряде низкого давления / К. Н. Рамазанов, Р. Д. Агзамов, В. В. Будилов, Р. Вафин, Ю. Хусаинов. – М. : Инновационное машиностроение, 2016. – 335 с.
4. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г. Шпис, З. Бемер. – Совмест. изд. – М. : Metallurgiya; Лейпциг : Deutscher Verl. fur Grundstoffindustrie, 1991. – 320 с.
5. Petrova L. G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys // Metal Science and Heat Treatment. – 2001. – Vol. 43, Nos. 1–2. – P. 11–17. – DOI: 10.1023/A:1010405819435.
6. URL: <https://www.spectroscopyonline.com/view/international-centre-diffraction-data> (accessed at: 2016).
7. Бабин А. В., Ракипов Д. Ф. Организация и математическое планирование эксперимента : учебное пособие / Министерство образования и науки Российской Федерации ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» / под ред. В. А. Лебедева. – Екатеринбург, 2014. – 112 с.
8. Адлер Ю. П., Маркова Е. В., Грановский Ю. В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Наука, 1976. – 279 с.
9. Лахтин Ю. М., Арзамасов Б. Н. Химико-термическая обработка металлов. – М. : Metallurgiya, 1985. – 255 с.
10. Лобанов М. Л., Зорина М. А. Методы определения коэффициентов диффузии : учебное пособие. – Екатеринбург : Издательство Уральского университета, 2017. – 100 с.
11. Мерер Х. Диффузия в твердых телах / пер. с англ. – Долгопрудный : Интеллект, 2011. – 535 с.