
УДК 669.14.018.025

Д-р техн. наук В. Ю. Ольшанецький¹, канд. техн. наук О. В. Нестеров¹,
д-р техн. наук С. І. Гоменюк², канд. техн. наук С. М. Гребенюк²

¹ Національний технічний університет, ² Національний університет;
м. Запоріжжя

АНАЛІТИЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ФАКТОРІВ ЙОННОГО АЗОТУВАННЯ МАЛОВУГЛЕЦЕВОЇ НЕІРЖАВІЮЧОЇ СТАЛІ НА ПОКАЗНИКИ ЇЇ ПОВЕРХНЕВОГО ШАРУ

Проведено кількісний аналіз результатів йонно-плазмового азотування зразків (твердість та ширина поверхневого шару) феритних хромових сталей з метою подальшої оптимізації технології використовуваного процесу хіміко-технічної обробки.

Ключові слова: азотований шар, йонно-плазмовий процес, дифузійне насичення, хромовая сталь, поліноми залежностей.

Для виготовлення виробів для згорання різних видів палив та систем випуску відпрацьованих газів у світовій практиці пропонується ряд листових матеріалів: високохромисті феритні сталі типу 08X18T1, 15X25T, металокомпозитні матеріали, зокрема алюміновані конструкційні вуглецеві сталі. Але світовий досвід розробки матеріалів для використання у техніці показує, що з метою підвищення конкурентоздатності є можливість виробництва економнолегованих листових сталей, хімічний склад, структура і комплекс властивостей яких відповідає суто умовам експлуатації таких виробів і систем. Наприклад, у Японії і Німеччині розроблені низь-

ковуглецеві хромисті сталі типу YUS-409D, WRN 4512, які додатково леговані алюмінієм, азотом і титаном, що дозволило знизити вміст хрому до 10–12 %. Ці сталі широко використовуються для виготовлення систем випуску відпрацьованих газів автомобілів.

Для отримання підвищення корозійної стійкості маловуглецевої феритної сталі, наприклад з 8 % (мас.) хрому, яка була б здатна забезпечити ресурс експлуатації виробів, не менший за світові аналоги, нами було проведено дослідження можливостей зміни стану поверхні виробів шляхом йонного азотування в атмосфері тліючого розряду маловуглецевої сталі з саме таким вмістом хрому.

Азотування отриманих зразків проводили на установці ИОН-20-И2 фірми «ЭФТОМ-ИОН» (Болгарія). Як насичувальний газ використовували аміак. Температуру азотування та тиск аміаку варіювали в границях від 500 до 580 °С і від 3 до 5,5 mbar відповідно. Витримка зразків при йонному азотуванні становила в середньому 4 год.

Для визначення оптимальних технологічних параметрів процесу при отриманні азотованих шарів з γ' та ϵ - фазами у складі структури були розроблені математичні (загальний та лінійні) плани експериментів, які б урахували співвідношення температур, тисків насичувального газу та часи витримки.

Таблиця 1 – Глибина легування

Температура $T, ^\circ\text{C}$	Тривалість $t, \text{ год}$	Тиск $p, \text{ mbar}$	Глибина поверхневого легування $h, \text{ мкм}$
580	2	3	55
580	2	5,5	70
580	6	5,5	100
500	6	3	110
500	2	5,5	25
540	4	4,25	150
500	6	5,5	20
520	2	6	25
540	4	4,3	150
580	6	3	150
620	10	7	150
640	12	8	200
480	10	7	15
460	12	8	10

Таблиця 2 – Твердість матеріалу

Температура $T, ^\circ\text{C}$	Тривалість $t, \text{ год}$	Тиск $p, \text{ mbar}$	Твердість, HV
1	2	3	4
580	2	3	873,5
580	2	5,5	927
580	6	5,5	873,5
500	6	3	832
500	2	5,5	1340,5
540	4	4,25	911,5
500	6	5,5	1739,5
520	2	6	1034
540	4	4,3	908,5
580	6	3	890
540	4	4,25	908

Загальна математична обробка результатів дослідження режимів йонного азотування

Для такої обробки скористалися методом найменших квадратів, який дозволяє, окрім надання потрібної інформації, ще й усунути деякі неточності самих експериментальних досліджень. Враховуючи, що досліджувані величини в нашому випадку залежать від трьох вказаних вище чинників, надамо ці залежності у вигляді моделей другого порядку:

$$h = a_0Ttp + a_1Tt + a_2Tp + a_3T + a_4tp + a_5t + a_6p + a_7 + a_8T^2t^2p^2. \quad (1)$$

$$HV = b_0Ttp + b_1Tt + b_2Tp + b_3T + b_4tp + b_5t + b_6p + b_7 + b_8T^2t^2p^2. \quad (2)$$

де $a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8,$

$b_0, b_1, b_2, b_3, b_4, b_5, b_6, b_7, b_8$ – невідомі постійні коефіцієнти.

Після застосування традиційної процедури методу найменших квадратів, користуючись таблицями 1 та 2, отримуємо такі залежності з числовими коефіцієнтами:

$$h = -0,1177tp + 0,769Tt + 0,976Tp - 5,275T + 63,466tp - 416,137t - 60,168p + 3087,07 + 0,43 \cdot 10^{-7} T^2 t^2 p^2, \quad (3)$$

$$HV = -0,926Ttp + 2,535Tt - 0,163Tp + 1,226T + 455,89tp - 1319,436t + 203,947p - 0,301 + 0,363T^2 t^2 p^2. \quad (4)$$

Графічні залежності показані на рисунках 1.4–1.9 (для глибини легування) і на рис. 2.10–2.15 – для твердості матеріалу. Ці залежності становлять повну інформаційну картину щодо впливу на цільові функції, задані в чотиривимірному просторі з урахуванням парних факторів впливу у тривимірних перерізах відповідних гіперповерхонь. Оскільки такого роду інформація є дуже загальною (хоча насиченою і цікавою), в подальшому було вирішено перейти до лінійних моделей з наперед вибраними центрами ортогональних планів для знаходження шляхом руху за градієнтом максимальних змін чинників технологічного процесу йонного азотування (факторів впливу) для оптимізації останнього.

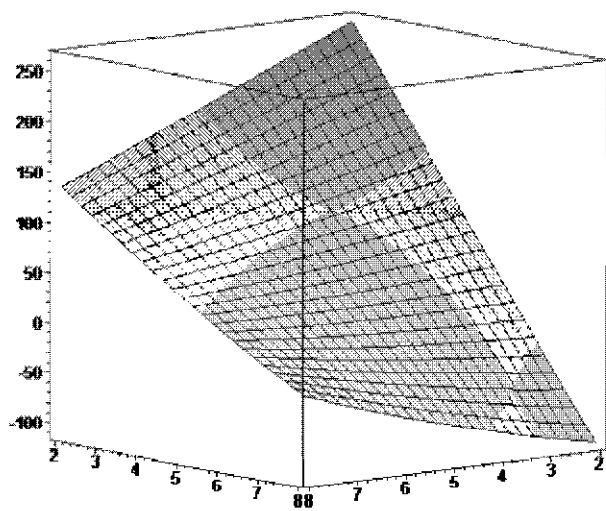


Рис. 1.1. Залежність для глибини легування при $T = 500$ °C

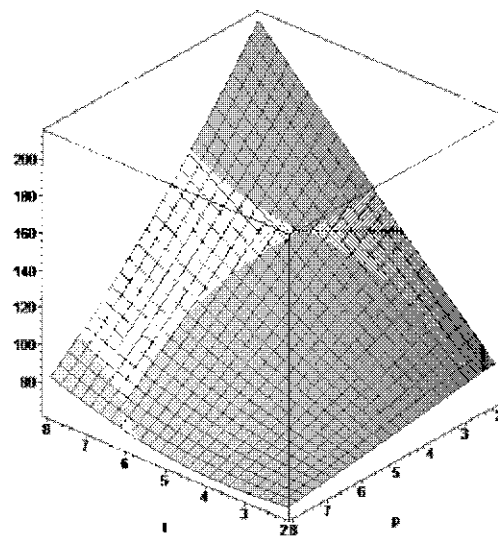


Рис. 1.2. Залежність для глибини легування при $T = 600$ °C

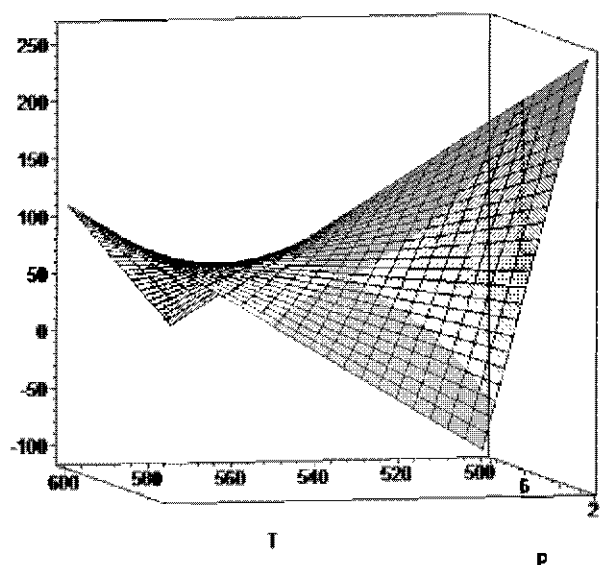


Рис. 1.3. Залежність для глибини легування при $t = 2$ год

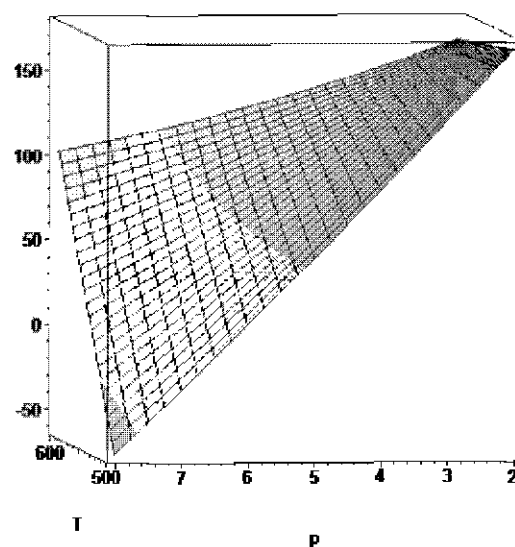


Рис. 1.4. Залежність для глибини легування при $t = 6$ год

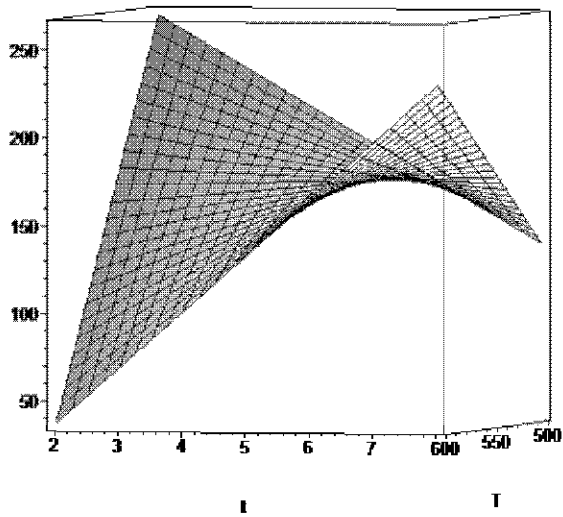


Рис. 1.5. Залежність для глибини легування при $p = 2$ mbar

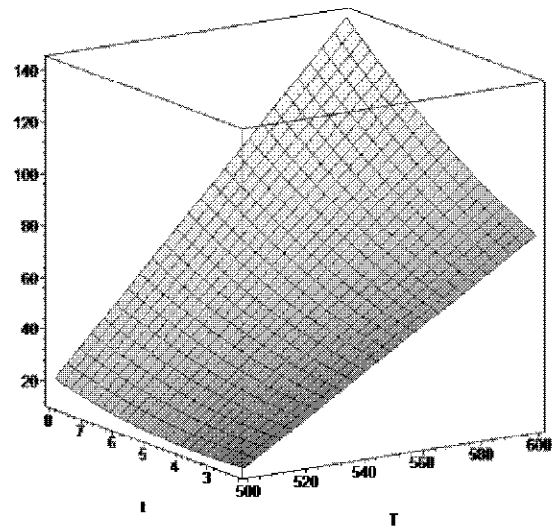


Рис. 1.6. Залежність для глибини легування при $p = 6$ mbar

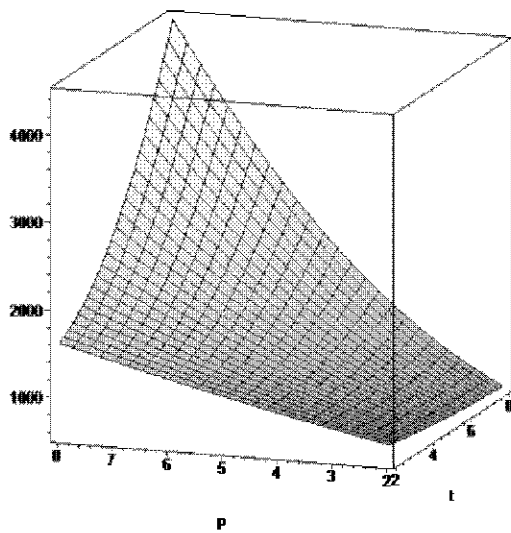


Рис. 2.1. Залежність для твердості при $T = 500$ °C

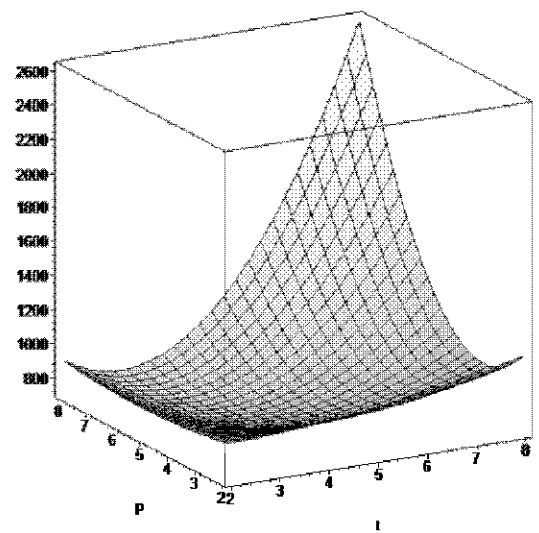


Рис. 2.2. Залежність для твердості при $T = 600$ °C

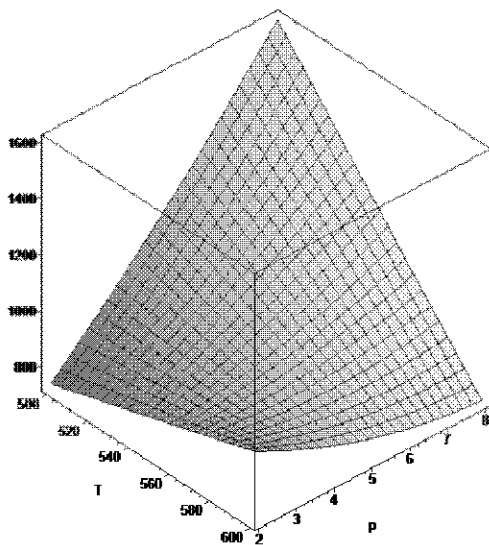


Рис. 2.3. Залежність для твердості при $t = 2$ г

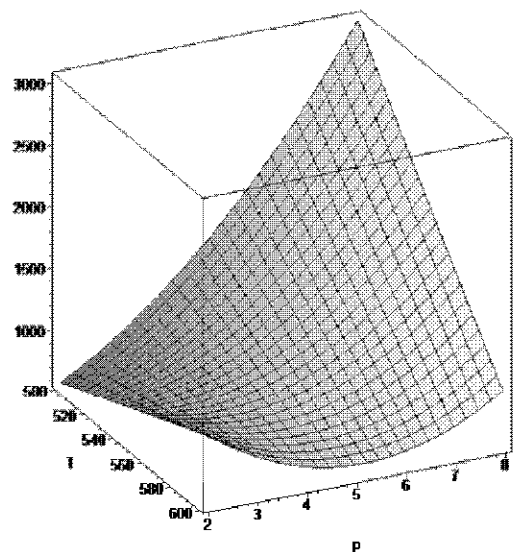


Рис. 2.4. Залежність для твердості при $t = 6$ г

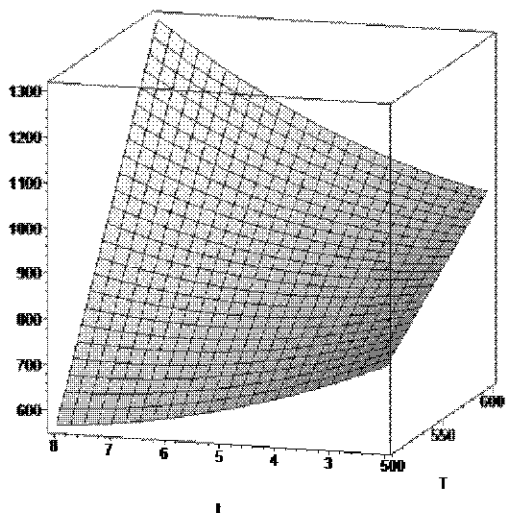


Рис. 2.5. Залежність для твердості при $p = 2$ mbar

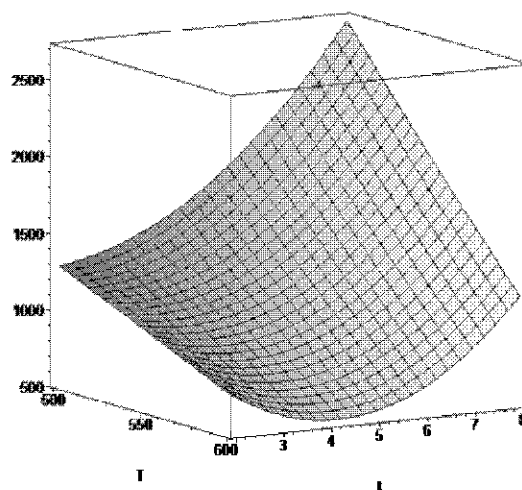


Рис. 2.6. Залежність для твердості при $p = 6$ mbar

Для цього складемо загальну матрицю планування (табл. 3) та як приклад загальну таблицю факторів впливу (табл. 4) для розрахунків глибини азотованого шару та його твердості). Багатофакторну лінійну модель у кодованих координатах спочатку задали співвідношенням

$$y = b_0x_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3. \quad (5)$$

де b_0, b_1, b_2, b_3 – кутові коефіцієнти моделі.

Чисельні значення кутових коефіцієнтів моделі для глибини азотованого шару без урахування подвійних факторів впливу були визначені у цьому випадку за формулами:

$$b_0 = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N} = \bar{y} = 69,375, \quad (6)$$

де y_i – i -ті експериментальні значення глибини азо-

Таблиця 3 – Зміна температури, часу витримки та тиску при азотуванні

Номер дослідження	X_1	X_2	X_3
Одиниця вимірювання	Температура, °C	Тривалість процесу, год	Тиск газу в камері, mbar
Інтервал варіювання	40	2	1,25
Основний рівень (0)	540	4	4,25
І верхній рівень (+1)	580	6	5,5
І нижній рівень (-1)	500	2	3

Таблиця 4 – Загальна таблиця факторів впливу та результатів дослідження з урахуванням подвійних факторів впливу

Номер дослідження	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_2 x_3$	$x_1 x_3$	\bar{h} , МКМ ($y^{ек}$)	HV, МКМ ($y^{ек}$)
1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	25	795
2	+1	-1	+1	-1	-1	+1	70	927
3	-1	+1	+1	-1	+1	-1	20	909
4	+1	+1	+1	+1	+1	+1	100	874
5	-1	-1	-1	+1	+1	+1	25	1147
6	+1	-1	-1	-1	+1	-1	55	874
7	-1	+1	-1	-1	-1	+1	110	832
8	+1	+1	-1	+1	-1	-1	150	890

тованого шару;

\bar{y} – середнє значення цієї глибини;

$$b_j = \frac{\sum_{i=1}^N y_i x_{ij}}{N}, \quad (7)$$

де N – кількість дослідів;

x_{ij} – i -тий фактор впливу;

j – номер фактору.

Значення цих коефіцієнтів моделі згідно розрахунками за формулами (6) і (7), приводять до лінійного рівняння:

$$y = 69,375 + 24,375x_1 + 25,625x_2 + 15,625x_3, \quad (8)$$

для якого коефіцієнт множинної кореляції (R) дорівнює 0,8736, відповідно формулі [1]:

$$R_{y/x_1, x_2, x_3} = \sqrt{\frac{N(b_1^2 + b_2^2 + b_3^2)}{\sum_{i=1}^N y_i^2 - N\bar{y}^2}}. \quad (9)$$

Далі було використано багатофакторну модель в кодованих координатах, враховуючи на попарний вплив температури, тривалості процесу або тиску газу в камері у певних знакових співвідношеннях, і відповідно до кожного випадку знайдено коефіцієнти кореляції. Додаткові коефіцієнти математичної моделі у цьому випадку будуть визначатись формулою

$$b_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i \cdot (x_j x_u)_i}{N}, \quad (10)$$

де b_{ij} – кутовий коефіцієнт багатофакторного впливу, а $j = 1, 3$; $u = 1, 3$.

Коефіцієнти кореляції при багатофакторному впливі були розраховані за формулами аналогічними (9).

Тоді згідно з наведеними вище формулам будемо мати рівняння з коефіцієнтами множинної кореляції:

$$Y_{(12)} = 69,375 + 24,375x_1 + 25,625x_2 - 15,625x_3 + 5,625x_1x_2, \quad (11)$$

$$R_{y/x_1, x_2, x_3, x_1, x_2} = \sqrt{\frac{N(b_1^2 + b_2^2 + b_3^2 + b_{12}^2)}{\sum_{i=1}^N y_i^2 - N\bar{y}^2}} = 0,8828; \quad (12)$$

$$Y_{(23)} = 69,375 + 24,375x_2 + 25,625x_3 - 15,625x_1 + 19,375x_2x_3, \quad (13)$$

$$R_{y/x_1, x_2, x_3, x_2, x_3} = \sqrt{\frac{N(b_1^2 + b_2^2 + b_3^2 + b_{23}^2)}{\sum_{i=1}^N y_i^2 - N\bar{y}^2}} = 0,9771; \quad (14)$$

$$Y_{(13)} = 69,375 + 24,375x_1 + 25,625x_2 - 15,625x_3 + 6,875x_1x_3, \quad (15)$$

$$R_{y/x_1, x_2, x_3, x_1, x_3} = \sqrt{\frac{N(b_1^2 + b_2^2 + b_3^2 + b_{13}^2)}{\sum_{i=1}^N y_i^2 - N\bar{y}^2}} = 0,8873. \quad (16)$$

Розрахунки показали, що найкращий коефіцієнт кореляції відповідає одночасному впливові тривалості процесу і тиску газу в камері на експериментальні значення. У результаті приходимо до нової робочої матриці (табл. 5).

Таблиця 5 – Конкретна робоча матриця лінійного «планування» кодованих значень факторів варіювання для розрахунків глибини та твердості азотованого шару

Номер дослідів	x_1	x_2	x_3	x_2x_3
1	-1	-1	+1	-1
2	+1	-1	+1	-1
3	-1	+1	+1	+1
4	+1	+1	+1	+1
5	-1	-1	-1	+1
6	+1	-1	-1	+1
7	-1	+1	-1	-1
8	+1	+1	-1	-1

Знайдемо нові розрахункові значення функцій відгуку, а саме:

$$I \quad y_h = 69,375 + 24,375x_1 + 25,625x_2 - 15,625x_3 + 5,625x_2x_3, \quad (17)$$

$$II \quad y_{HV} = 906 - 14,75x_1 - 29,75(x_2 + x_3) + 45x_2x_3. \quad (18)$$

При цьому за умови рототабельності дисперсії $\sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_j^2$, де j змінюється від 0 до 4, середньоквадратична похибка (наприклад, для випадку глибини h) відповідає залежностям:

$$\sum_{i=1}^N (\Delta y_i)^2 = N \cdot (m+1) \cdot \sigma_j^2 \quad (19)$$

і

$$\sigma_j = (\Delta b_j) = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\Delta y_i)^2}{N \cdot (m+1)}} = \pm 4,288, \quad (20)$$

Аналогічна ситуація має місце і у випадку лінійної регресії для HV.

Подальші результати досліджень підтвердили логіку розрахунків. При всіх режимах йонного азотування спостерігалась явно виражена дифузійна зона з твердістю, що значно відрізнялася від твердості основного матеріалу ($HV_{0,05}$ 250–300). Так, поверхня зразків, які були азотовані на γ' -фазу, мала твердість $HV_{0,05}$ 800–870 при глибині азотованого шару 70–120 мкм. Поверхня інших зразків, що були азотовані на ϵ -фазу, мала твердість $HV_{0,05}$ 900–1100 при глибині азотованого шару 20–60 мкм.

Отримання дифузійної нітридної зони будь-якого складу позитивно впливає на підвищення корозійної

стійкості. Дифузійна зона з ϵ -фазою значно підвищує зносостійкість поверхні, але при динамічних навантаженнях можливі сколи азотованого шару. Тому оптимальним сполученням у складі йонно-азотованого шару вважається суміш γ' + ϵ -фаз, яку було отримано на трьох зразках дослідної сталі за режимом: температура 540 °C, тривалість ~ 4 год, тиск аміаку ~ 4 mbar.

Список літератури

1. Ольшанецкий В. Е. О физических подходах к математическому моделированию функциональных связей / В. Е. Ольшанецкий // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2003. – № 1. – С. 80–86.

Одержано 27.04.2012

Ольшанецкий В.Е., Нестеров А.В., Гоменюк С.И., Гребенюк С.Н. Аналитическое исследование влияния технологических факторов ионно-плазменного азотирования малоуглеродистой нержавеющей стали и показатели ее поверхностного слоя

Проведен количественный анализ результатов ионно-плазменного азотирования образцов (твердость и ширина полученного поверхностного слоя) ферритных хромистых сталей с целью последующей оптимизации технологии используемого процесса химико-термической обработки.

Ключевые слова: азотированный слой, ионно-плазменный процесс, диффузионное насыщение, хромистая сталь, полиномы зависимостей.

Ol'shanetskiy V., Nesterov A., Gomenyuk S., Grebenyuk S. Analytical research of ion-plasma nitriding technological factors influence of low carbon stainless steel and indicators of its surface layer

Quantitative analysis of samples ion-plasma nitriding (hardness and width of the resulting surface layer) of ferritic chromium steels for the purpose of optimizing technology process using chemical and thermal treatment was done.

Key words: nitrided layer, ion-plasma process, diffusion saturation, chromium steel, dependency polynomials.