

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Институт физики высоких технологий  
Направление 15.04.01 подготовки машиностроение  
Кафедра физики высоких технологий в машиностроении

**МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ**

Тема работы
<b>ИОННО-ПЛАЗМЕННОЕ АЗОТИРОВАНИЕ ЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА В ОТСУТСТВИИ АММИАКА</b>

УДК 669.15-194:621.785.53:537.525

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM51	Мусаев Шухрат Мурадович		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Гончаренко И.М.	К.т.н.		

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Черепанова Н.В.			

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Штейнле А.В.	Д.т.н.		

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
ФВТМ	Псахье С.Г.	Профессор, доктор ф.м.н.		

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ**  
**ПО ОСНОВНОЙ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ ПРОГРАММЕ ВЫСШЕГО**  
**ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ, НАПРАВЛЕНИЕ ПОДГОТОВКИ**  
**15.04.01 МАШИНОСТРОЕНИЕ,**  
**КВАЛИФИКАЦИЯ – МАГИСТР**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Способность <b>демонстрировать</b> глубокие естественнонаучные, математические и инженерные знания физико-химических и технологических основ получения деталей из порошков методом жидкофазное спекание, и <b>применять</b> их для решения научных и инженерных задач наукоемкого производства на мировом уровне
P2	Способность планировать и проводить аналитические, имитационные и <b>экспериментальные исследования</b> по своей специализации с использованием новейших достижения науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области знаний, соответствующей выполняемой работе, уметь <b>критически оценивать</b> полученные теоретические и экспериментальные данные и делать выводы, использовать основы изобретательства, правовые основы в области интеллектуальной собственности.
P3	Способность <b>интегрировать знания</b> различных и смежных видов деятельности и решать задачи, требующие абстрактного мышления и оригинальности анализа для концептуализации инженерных моделей выбранного технологического направления
P4	Способность <b>оценивать экономическую эффективность</b> новых разработок и их инновационную направленность, выполнять требования по <b>защите окружающей среды</b>

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Институт физики высоких технологий  
Направление 15.04.01 подготовки машиностроение  
Кафедра физики высоких технологий в машиностроении

УТВЕРЖДАЮ:  
Зав. кафедрой, профессор, доктор  
ф.м.н., \_\_\_\_\_ С.Г. Псахье  
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О)

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

магистерской диссертации
--------------------------

Студенту:

Группа	ФИО
4АМ41	Булдаковой Александре Сергеевне

Тема работы:

<b>ВЛИЯНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ СОСТАВА ПОДЛОЖКИ НА СВОЙСТВА ВАКУУМНО-ДУГОВЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ</b>	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:	16.06.17 г.
--	-------------

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<b>Исходные данные к работе .</b>	Образцы сталей 40Х, 40Х13 и Р6М5.
-----------------------------------	-----------------------------------

<b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Классификация, свойства ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде ;</li> <li>2. Методика эксперимента;</li> <li>3. Исследования основных этапов и параметров процессов формирования азотированных слоев;</li> <li>4. Сравнительные экспериментальные исследования по ионно плазменному азотированию в тлеющем разряде в зависимости от режимов и параметров процесса.</li> </ol>
<b>Перечень графического материала</b>	Презентация в формате Microsoft Power Point, слайдов

**Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы**

<b>Раздел</b>	<b>Консультант</b>
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Черепанова Н.В
Социальная ответственность	Штейле А.В

**Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:**

- Оборудования для азотирования;
- Материалы и методика исследования.

**Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику**

**Задание выдал руководитель:**

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
доцент	Гончаренко И.М.	К.т.н		

**Задание принял к исполнению студент:**

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
4AM51	Мусаев Ш.М.		

## Реферат

Диссертация предоставлена 130 страницами, 31 рисунком, 20 таблицами, список литературы из 36, 1 приложение .

Ключевые слова: вакуум, азотирование, температура, ионно-плазменная обработка, диффузионный слой, нанодисперсная фаза, высоколегированная сталь, твёрдость.

В данной работе приведены сравнительные исследования ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде при сопоставлении двух насыщающих газовых сред: традиционного с применением аммиака и без аммиачной смеси трех газов на основе азота, аргона и метана.

Цель настоящей работы – оптимизировать процесс азотирования и исследовать параметры упрочнения стальных деталей машиностроения в случае применения плазмы тлеющего разряда при замене традиционного аммиака на смесь газов из азота, аргона и метана. Сопоставить параметры режимов ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде в зависимости от состава рабочей среды. Сравнить физико-механические и структурные характеристики поверхностных слоёв деталей азотированных в тлеющем разряде, как в чистой аммиачной среде, так и в смеси трех газов.

Для достижения указанной цели в представленной работе проводили комплекс экспериментальных исследований как в области изучения газовых разрядов в вакууме, так и материаловедческая аттестация поверхностей сталей в зависимости от параметров обработки при помощи азотирования.

Показано, что замена традиционного аммиака на тройную смесь газов ( $N_2$ , Ar,  $CH_4$ ) в тлеющем разряде может успешно применяться в машиностроительном производстве для улучшения эксплуатационных характеристик деталей.

Диссертация выполнена в текстовом редакторе Microsoft Word 2010, презентация выполнена в редакторе Microsoft PowerPoint 2010.

## Содержание

<b>Введение .....</b>	<b>9</b>
<b>Глава 1. Классификация, свойства ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде .....</b>	<b>11</b>
1.1 Модификация поверхности стали в процессе азотирования .....	11
1.2 Классификация процессов азотирования .....	13
1.3 Ионно-плазменное азотирование в тлеющем разряде .....	15
<b>Глава 2. Оборудование для азотирования сталей, материалы и методика исследований .....</b>	<b>22</b>
2.1. Оборудование для азотирования сталей в тлеющем разряде.....	22
2.2. Характеристика рабочей среды насыщения ионно-плазменного азотирования.....	23
2.3. Материалы для исследования .....	26
2.4. Особенности приготовления экспериментальных образцов.....	28
2.5. Измерение микротвердости.....	29
2.6. Метод оптической металлографии .....	32
2.6. Методика рентгеноструктурных исследований экспериментальных образцов. ....	33
<b>Глава 3. Исследования основных этапов и параметров процессов формирования азотированных слоев.....</b>	<b>36</b>
3.1. Описание структурной схемы эксперимента. ....	36
3.2. Особенности подготовки и регулировки рабочих газовых смесей. ....	39
3.2.1. Процесс приготовления диссоциированного аммиака. ....	40
3.2.2. Процесс приготовления смеси трех газов . ....	41
3.3. Влияние давления рабочих газовых смесей на температуру нагрева деталей.....	43
3.4. Влияние состава и давления рабочей газовой смеси на плотность тока при нарастании напряжения тлеющего разряда. ....	47
3.5. Схема технологического процесса азотирования в тлеющем разряде..	51
<b>Глава 4. Сравнительные экспериментальные исследования по ионно плазменному азотированию в тлеющем разряде в зависимости от режимов и параметров процесса .....</b>	<b>56</b>
4.1. Основные этапы и процессы формирования азотированных слоев .....	56

4.2 Влияние режимов процесса азотирования в тлеющем разряде на параметры упрочненных поверхностных слоев. ....	58
4.3. Сводная таблица результатов по азотированию в тлеющем разряде на аммиаке и в тройной газовой смеси.....	62
4.4.Исследование влияния состава рабочего газа при азотировании в тлеющем разряде на структурно-фазовое состояние поверхностного слоя образцов из конструкционной стали 40X.....	63
4.5 Анализ эффектов упрочнения в тлеющем разряде инструмента для ремонта трубопроводов в нефтегазовой промышленности. ....	66
<b>Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....</b>	<b>72</b>
5.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения .....	73
5.2 SWOT-анализ.....	75
5.3 Инициация проекта .....	77
5.4.Организационная структура проекта .....	78
5.5 Затраты на электроэнергию .....	83
<b>ГЛАВА 6. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ .....</b>	<b>85</b>
Введение.....	85
6.1. Техногенная безопасность .....	86
6.1.1 Анализ вредных факторов производственной среды.....	86
6.1.2 Метеоусловия .....	86
6.1.3 Вредные вещества.....	89
6.1.4 Производственный шум .....	90
6.1.5 Расчет уровня шума .....	92
6.2.Освещенность .....	93
6.3 Анализ опасных факторов производственной среды.....	97
6.3.1 Факторы электрической природы .....	97
6.3.2 Электробезопасность.....	99
6.3.3 Давление .....	101
6.4 Региональная безопасность.....	106
6.4.1 Защита атмосферы .....	107
6.5. Организационные мероприятия обеспечения безопасности.....	107

6.6. Особенности законодательного регулирования проектных решений.	109
6.7. Безопасность в чрезвычайных ситуациях .....	110
6.7.1 Факторы пожарной и взрывной природы.....	111
6.7.2 Организационные защитные мероприятия .....	116
6.7.3 Меры по технике безопасности на рабочем месте. ....	116
Вывод к шестому разделу .....	117
<b>Основные выводы по всей работе. ....</b>	<b>118</b>
<b>Список литературы .....</b>	<b>120</b>
<b>Приложения А.....</b>	<b>124</b>



## **Введение**

Проблема упрочнения поверхности деталей машин, штампового и режущего инструмента хорошо известна практически на любом металлообрабатывающем производстве. Борьба с преждевременным износом деталей и инструмента приобретает все большее значение, т.к. развитие большинства технологических процессов связано с увеличением нагрузок, температур, агрессивных сред, в которых работают эти изделия. Изменить свойства поверхности в необходимом направлении можно различными способами. В настоящее время накоплен большой опыт по применению различных методов химико-термической обработки (ХТО) материалов, когда поверхностные слои металлов подвергают диффузионному насыщению элементами внедрения, в результате которого на поверхности изделия образуется новый, отличающийся от сердцевины слой. Одной из разновидностей ХТО является азотирование.

Азотированием в общем смысле называют процесс химико-термической обработки материалов, заключающийся в насыщении поверхностного слоя азотом, с целью повышения твердости, износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости изделий.

Азотирование как метод упрочнения деталей машин и инструментов прошло длительный путь развития и совершенства. Основы технологического процесса газового азотирования были заложены ещё в начале XIX века.

В настоящее время с точки зрения обеспечения функциональных свойств многочисленных деталей в различных отраслях машиностроения (автомобилестроение, авиастроение, двигателестроение, станкостроение и др.) определены основные достоинства и недостатки азотирования – одного из эффективных и распространенных методов упрочнения. Наряду с очевидными достоинствами данного способа модификации поверхности стальных деталей отмечаются и недостатки процесса, вызванные

существующим на сегодняшний день уровнем промышленной аппаратуры, основные из которых: большая длительность диффузионного процесса и обязательное применение водорода в насыщающей среде. Одной из разновидностей газового азотирования является метод ионного азотирования в тлеющем разряде. Где в разреженной азотосодержащей атмосфере между катодом (деталью) и анодом возбуждается тлеющий разряд и ионы газа, бомбардируя поверхность катода, нагревают её до температуры насыщения.

Однако известные в современной промышленности технологии азотирования в настоящее время обладают рядом общих недостатков, таких как:

- применение ядовитых и взрывоопасных веществ (например, аммиак);
- длительность процесса – несколько десятков часов;
- высокие затраты на электроэнергию, воду и расход азотосодержащих сред.

В связи с этим крайне необходимы исследования и разработки новых более безопасных сред для насыщения сталей азотом. Настоящая работа посвящена сравнению технологических методов ионного азотирования в двух типах азотосодержащих газовых сред: с использованием традиционного аммиака и её заменителя в виде смеси трех газов азота, аргона и метана.

На протяжении всей работы проводится сравнение процессов упрочнения в тлеющем разряде, как в части исследования явлений и закономерностей, происходящих в плазме, так и в части изменения свойств поверхности обрабатываемых материалов. Экспериментальные исследования были выполнены на оборудовании лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН г. Томск.

# **Глава 1. Классификация, свойства ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде**

## **1.1 Модификация поверхности стали в процессе азотирования**

Одним из наиболее распространенных способов поверхностного упрочнения стальных деталей, широко применяемым в различных областях техники является азотирование. В основе азотирования лежит процесс диффузионного насыщения поверхностного слоя нагретой детали азотом. Весь цикл азотирования включает в себя три основных этапа: образование активного азота в газовой фазе; адсорбцию и абсорбцию атомов азота на металлической поверхности; диффузию азота в металл. Способность материала изменять свойства, в результате насыщения его поверхности азотом, принято называть азотируемостью. На азотируемость большое влияние оказывают состав и строение исходных материалов, а также чистота их поверхности, заметно влияющая на равномерность азотирования и рост нитридной зоны [1].

Азотированию могут быть подвергнуты стали различных структурных классов: конструкционные, инструментальные, перлитные, ферритные, аустенитные, жаропрочные, мартенситно - стареющие и др. Процесс азотирования, широко применяемый в промышленности, позволяет значительно повысить такие важные характеристики как прочность, твердость, износостойкость, сопротивление усталости и коррозии сталей и сплавов [2].

При азотировании металла образуются многослойные диффузионные слои, состоящие из поверхностной зоны химического соединения, часто называемой белым слоем и диффузионного подслоя – зоны внутреннего азотирования [3]. Диффузионная зона представляет из себя гетерофазную зону на базе высокоазотистого  $\alpha$  – твердого раствора с избыточными выделениями нитридов  $\gamma'$  - фазы или специальных нитридов [2]. Основными показателями характеризующими диффузионный слой являются:

поверхностная твердость; распределение твердости по толщине нитридной зоны и зоны внутреннего азотирования; градиент изменения твердости на единицу толщины слоя ( $\Delta H$ /ед.длины); эффективная толщина слоя [1]. Твердость диффузионной зоны ниже, чем нитридной и монотонно спадает от границы двух зон слоя до значений твердости не азотированной стали. Режимы азотирования и количество легирующих элементов в значительной степени влияют на твердость диффузионной зоны.

Известно большое количество методов азотирования в различных средах: в жидких, твердых, газообразных и др. Часто для активации процессов в газовых средах используют различные виды разрядов. Наиболее широко распространенным и часто применяемым в машиностроение методом упрочнения сталей является азотирование в условиях тлеющего разряда – ионное азотирование [1]. Чаще всего данный процесс осуществляется в среде диссоциированного аммиака. За счет распыляющего действия ионизованного газа насыщение в тлеющем разряде осуществляется в 2 раза интенсивнее по сравнению с обычным газовым азотированием. В результате бомбардировки положительно заряженными ионами происходит нагрев обрабатываемой поверхности. Поэтому в данном случае исключается использование специальных технологических узлов для дополнительного нагрева обрабатываемых деталей. Определяющим параметром при ионном азотировании является давление рабочего газа. Изменение величины давления позволяет управлять температурой процесса. Азотирование в тлеющем разряде производится при высоких давлениях (100 – 500 Па), позволяющих обеспечить стабильное зажигание и горение разряда. Достоинством метода является также простота получения плазмы в больших объемах. Однако в виду высокого давления необходимо подавать высокое напряжение горения, вследствие чего повышается энергопотребление. Следует отметить, что из – за высоких давлений процесса ионного азотирования в тлеющем разряде, заряженные частицы испытывают многократные столкновения, и как следствие имеют низкую кинетическую

энергию. Этой величины энергии оказывается недостаточно для разрушения оксидных пленок, образующихся на поверхности и препятствующих проникновению азота в образец. Как следствие для восстановительных реакций необходимо введение в вакуумную камеру водорода более 5 процентов.

Согласно обзору, проведенному в работе [4], начиная с 1980 – х годов огромное количество работ, как отечественных [2, 5], так и зарубежных исследователей [6] посвящено непосредственно изучению влияния основных параметров процесса насыщения, оказывающих воздействие на структуру и свойства азотируемых сталей. К таким параметрам могут быть отнесены температура, продолжительность насыщения, состав азотсодержащей среды, давление газа, электрические параметры и др. Путем регулирования данных параметров процесса можно оптимизировать структуру и свойства нитридной и диффузионной зоны с учетом условий эксплуатации. Результаты эксперимента по азотированию в тлеющем разряде [7] показали, что при определенных условиях изменение концентрации водорода в азотно – водородной смеси не влияет на параметры диффузионного слоя.

## **1.2 Классификация процессов азотирования**

Азотирование – это процесс диффузионного насыщения поверхностного слоя металлов азотом при нагревании в соответствующей среде. Внедрение процесса в производство для увеличения твердости поверхностей различных деталей машин и инструмента началось в Германии чуть более 80 лет назад. Особенно широко этот метод применяется для сплавов на основе железа, работающих в различных условиях эксплуатации. Азотированию можно подвергать любые стали перлитного, ферритного и аустенитного классов, а так же чугуны и спеченные сплавы. Азотированные поверхности стальных готовых изделий обеспечивают им такие важные характеристики как увеличение твердости, износостойкости, сопротивление усталости, коррозионной и теплостойкости, тем самым, многократно повышая ресурс работы механизмов в различных сферах машиностроения.

Процессы азотирования классифицируют по:

- агрегатному состоянию среды - азотирование в газах, жидких и твердых (в пастах или порошкам) средах;
- температуре процесса – 500-600 °С (низкотемпературное азотирование для конструкционных и инструментальных сталей); 600-1200 °С (высокотемпературное азотирование для жаропрочных сталей и тугоплавких металлов типа Ti, Mo, Nb, V и др.);
- составу рабочей среды – диссоциированный аммиак, расплавы цианид-цианатных солей, газовые азото-водородные смеси с добавлением аргона, кислорода и углеродосодержащих газов;
- давлению в реакторе – азотирование при повышенном, пониженном и пульсирующем давлениях;
- способу подвода энергии – нагрев за счет конвекции, излучения, низкотемпературной плазмы, индукционного и лазерного воздействия;
- типу технологического оборудования – тигельные, шахтные, камерные, вакуумные печи;
- структуре получаемых диффузионных слоев на поверхности металлов – азотирование с получением композиционного слоя, содержащего области нитридов и твердого раствора, азотирование с получением только области твердого раствора без нитридного слоя на поверхности.

В настоящее время для проведения различных процессов химико-термической обработки деталей машиностроения в газовых средах достаточно интенсивно применяют плазменную активацию химических реакций. Плазмохимические процессы используют при получении различных упрочняющих (TiN, TiN<sub>Al</sub>, TiC) и просветляющих покрытий (C:H\_ пленки), порошков и нанопорошков (TiO<sub>2</sub>), алмазных и алмазоподобных пленок, нанотрубок.

Для плазменной активации рабочих газов используют: микроволновую плазму, высокочастотный, дуговой и тлеющий разряды, мощные ионные пучки. Однако ни один из них не может претендовать на особую

исключительность, право преимущественного или универсального применения.

В русле этих тенденций бурное развитие и практическое применение получают методы ионно-плазменного азотирования. Данный технологический способ реализуется в газовой среде пониженного давления при возбуждении электрических разрядов в рабочей камере под действием электрического поля между электродами, в качестве одного из которых используются объекты модификации - поверхности обрабатываемых (насыщаемых) деталей.

Благодаря активации газовой среды ионное азотирование имеет ряд ключевых преимуществ перед традиционными способами. Во-первых, высокая скорость формирования диффузионного слоя и, как следствие, снижение затрат за счет сокращения расходов на электроэнергию, охлаждающую воду, рабочие газы и другие ресурсы. Во-вторых, возможность проведения регулируемых процессов азотирования с высокой точностью повторяемости строения диффузионного слоя от загрузки к загрузке. В-третьих, процесс имеет возможность быть полностью автоматизированным. В-четвертых, процесс не токсичен и отвечает требованиям по экологии.

### **1.3 Ионно-плазменное азотирование в тлеющем разряде.**

Процесс ионного азотирования широко применяют в России, Германии, Швейцарии, Франции, США и др[5,6,7,8,9].

Ионное азотирование по сравнению с печным имеет следующие преимущества: большую скорость насыщения; получение диффузионных слоев заданного фазового состава и строения, возможность проведения регулируемых процессов азотирования; незначительные деформации изделий в процессе обработки и высокий класс чистоты поверхности; возможность азотирования пассивирующихся материалов без дополнительной депассивирующей обработки; значительное сокращение общего времени

процесса за счет уменьшения времени нагрева и охлаждения садки и исключения промежуточных технологических операций по активации поверхности деталей; большую экономичность процесса, повышение коэффициента использования электроэнергии, сокращение расхода насыщающих газов; процесс не токсичен и отвечает требованиям по защите окружающей среды.

Стабильные параметры, высокая плотность тока и простота технической реализации делают сегодня тлеющий разряд наиболее привлекательным из всех разновидностей газовых разрядов при создании технологии для ионно-плазменного азотирования стальных деталей машиностроения [1].

С учетом получения регулируемого строения диффузионного слоя детали должны поступать на азотирование с окончательными размерами, так как последующая шлифовка может снять нитридную зону [6, 7].

Детали изготавливают из улучшенной заготовки с припуском 0,5 - 1 мм. После чего их подвергают отпуску для снятия внутренних напряжений. Далее детали из улучшаемых сталей подвергают холодной правке, шлифовке и черновому полированию. Детали из ферритных и аустенитных сталей могут также правиться в холодном состоянии, а из мартенситных и ледебуритных - при нагреве. Так как при азотировании увеличение геометрических размеров составляет от 5 до 15 мкм на поверхность (10 - 30 мкм на диаметр), размеры изделий перед насыщением должны быть скорректированы на эту величину.

Рекомендуется притуплять острые кромки и заусенцы, что позволяет избежать при азотировании перехода тлеющего разряда в дуговой, сопровождающийся местным перегревом поверхности и образованием микрократеров [8,9].

Строение и свойства упрочненного слоя азотируемых деталей зависят от следующих технологических факторов напряжения между электродами, состава газовой среды, степени ее разрежения, рабочей температуры, длительности процесса, взаимного расположения деталей и электродов [8].



Температура азотирования в тлеющем разряде обычно составляет 470 – 580 °С, напряжение 400 – 900 В, давление газовой среды в рабочем пространстве камеры 133 – 1330 Па. Рабочее давление лимитируется свойствами тлеющего разряда при давлении ниже 133 Па энергии ионов недостаточна для нагрева обрабатываемой детали до рабочей температуры, при давлении выше 1330 Па нарушается стабильность разряда, тлеющий разряд переходит в дуговую форму, что сопровождается появлением на поверхности оплавленных микрократеров [9,10]. Выбор оптимального давления зависит от сложности конфигурации детали, так как с изменением давления изменяется протяженность катодной области разряда. В диапазоне давлении ниже 133 Па вплоть до 1,33 Па, когда разряд погасает, область темного катодного свечения вблизи поверхности детали (катода) простирается на расстояние от 10 до 50 мм. Именно в этой области происходит ускорение положительных ионов за счет падения потенциала между границей плазмы и катодом. Кинетическая энергия этого ускорения ионов без учета столкновения с молекулами среды по величине соответствует напряжению разряда. Ионный ток в этом случае минимален и его плотность не превышает 0,5 мА/см<sup>2</sup>. Напряжение разряда можно поднять вплоть до 1000 В. Ионизация газа происходит слабо из-за значительного разрежения среды. С ростом давления рабочего газа столкновительные процессы между частицами усиливаются, и кинетическая энергия ионов существенно снижается. В диапазоне давлений от 133 Па до 1330 Па область катодной части разряда уменьшается от 10 мм до 1 мм. При этом в результате интенсивной ионизации газовой среды резко возрастает плотность ионного тока (до 20 мА/см<sup>2</sup>) и снижается максимальное значение напряжения разряда до величины не превышающей 400-500 В. Плотность тока разряда в широком диапазоне значений от 0,5 до 20 мА/см<sup>2</sup> сама по себе не оказывает особого влияния на концентрацию диффундирующих атомов, а лишь существенным образом определяет температуру нагреваемых деталей.

Традиционно на протяжении нескольких десятилетий в качестве азотосодержащих газов для ионного азотирования применяют диссоциированный аммиак ( $\text{NH}_3$ ) или смесь азота с водородом. В плазме тлеющего разряда на чистом азоте недопустимо присутствие кислорода, ввиду формирования в процессе нагрева оксидных пленок на поверхности обрабатываемых стальных деталей, препятствующих насыщению. Изменение концентрации водорода в азотно-водородной смеси в пределах от 1:9 до 9:1 практически не влияет на структурно-фазовые параметры диффузионного слоя. Процесс ионного азотирования в водородосодержащих средах (аммиак, смесь азота с водородом) достаточно хорошо изучен в отечественной и зарубежной литературе [1 – 5]. Водород, являясь хорошим восстановителем, оказывает существенное влияние на кинетику формирования азотированного слоя, интенсифицируя (ускоряя) процесс.

Таким образом, процесс ионного азотирования в тлеющем разряде реализуется в две стадии: очистка и активация поверхности катодным распылением при пониженном давлении (13,3 Па), высоком напряжении ( $\sim 1000$  В), малой плотности ионного тока ( $\sim 0,5$  мА/см<sup>2</sup>) и собственно насыщение при давлении газа выше 133 Па. Электрические и вакуумные параметры разряда при катодном распылении гарантируют активацию поверхности и разрушение оксидных пленок, а во второй стадии обеспечивают нагрев поверхности до температуры диффузии, активность газовой фазы, поддержание градиента концентрации азота на поверхности и регулирование процесса по фазовому составу диффузионного слоя.

Однако использование в качестве рабочего газа аммиака, прежде всего, создает проблемы с точки зрения экологии, а также взрывоопасности. В связи с чем, на сегодняшний день ожесточаются условия по его приобретению и хранению для потребителей. Кроме того, присутствие только водорода помимо азота в насыщающей среде в значительных количествах вызывает охрупчивание поверхности (особенно острых кромок) и разупрочнение основы, что в определенных условиях ведет к снижению

прочности и долговечности элементов конструкций. Добавка аргона в водородосодержащую насыщающую среду способствует повышению пластичности азотированного слоя [2, 5]. Замена водорода аргоном в насыщающей среде (только смесь азота и аргона) исключает водородное охрупчивание азотированного слоя, но при этом меняется энергетика процесса ионного азотирования.

В последнее время при азотировании конструкционных и инструментальных материалов в тлеющем разряде в качестве перспективных рассматриваются методы и способы, которые позволяют получать не только такие преимущества как, например, высокую скорость формирования диффузионных слоев заданного строения, высокий класс чистоты поверхности, большую экономичность операций, но и избавят технологический процесс от применения аммиака. Становится актуальным применение альтернативных вакуумных ионно-плазменных технологий в многокомпонентных атмосферах, не содержащих аммиак.

Физические процессы, происходящие при таком упрочении, изучены недостаточно полно. Весьма мало сведений о структуре, фазовом составе и свойствах конструкционных и инструментальных сталей, прошедших азотирование без аммиака в многокомпонентных газовых смесях. Причем экспериментальные данные недостаточно систематизированы и часто весьма противоречивы. Задачей, на решение которой направлена данная работа, является исследование влияния параметров азотирования в тлеющем разряде в смеси газов азот, аргон, метан на кинетику формирования диффузионного слоя конструкционных и инструментальных сталей и сопоставление полученных результатов с данными традиционному ионному азотированию в аммиачной среде.

## 1.4 Постановка задачи и цели работы

В настоящей работе были поставлены следующие цели и задачи:

Цель настоящей работы - исследование процесса азотирования стальных деталей машиностроения в плазме тлеющего разряда при замене традиционного аммиака на смесь газов состоящий из азота, аргона и метана. Научится самостоятельно работать на установках для азотирования и изучить все имеющийся процессы в данной сфере. Сопоставить параметры режимов ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде в зависимости от состава рабочей среды. Сравнить физико-механических и структурных характеристик поверхностных слоёв деталей азотированных как в чистой аммиачной среде так и в смеси трех газов.

Для достижения поставленной цели было необходимо выполнить следующие задачи:

- 1) Подготовить серию образцов в качестве исходных: пластины конструкционных и инструментальных сталей марок 40X, 40X13 и P6M5;
- 2) Предварительно подготовить оборудование для проведения ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде;
- 3) Измерить твердость исходных образцов до проведения ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде;
- 4) Проазотировать экспериментальные образцы в разных режимах работы тлеющего разряда при использовании в качестве насыщающей среды две разные смеси: традиционный диссоциированный аммиак и газы азот, аргон и метан в соотношении 75 : 20 : 5(%);
- 5) Исследовать закономерности изменения твердости в поверхностных слоях в результате азотирования образцов различных по составу сталей. Проанализировать влияние различных газовых сред на результаты упрочнения этих сталей;
- 6) С помощью рентгеноструктурного анализа определить и сопоставить особенности структурно-фазового состояния на поверхности

стали 40Х после обработки в тлеющем разряде в различных по составу газовых средах;

7) На основе полученных экспериментальных результатов дать рекомендации для практического применения метода для обработки промышленных деталей;

8) Проанализировать полученные результаты.

## **Глава 2. Оборудование для азотирования сталей, материалы и методика исследований**

Данная глава посвящена описанию оборудования на котором проводись все эксперименты, обусловлены причины выбора материала образцов для данной работы, методик анализа результатов и их описание.

### **2.1. Оборудование для азотирования сталей в тлеющем разряде**

Для проведения экспериментов была ипользована стандартная промышленная электропечь ШВ-9.18/6ИЗ объемом рабочей камеры 0,5 м<sup>3</sup>. Данное оборудование предназначено для диффузионного насыщения азотом (ионного азотирования) поверхностных слоев в «тлеющем разряде» различных деталей машиностроительных отраслей. Мощность установки P=100 кВт. Стандартный процесс азотирования в этой печи, согласно паспорту, проводится на диссоциированном аммиаке. Диссоциация осуществляется при температуре T = 800 °C в специальном реакторе, находящемся рядом с вакуумной камерой, куда жидкий аммиак поступает из баллона. Установка оснащена одним форвакуумным насосом, обеспечивающим предельный вакуум (пониженное давление) в рабочей камере  $p= 1,33 \text{ Па}$  ( $10^{-2}$  мм рт. ст.). Нагрев обрабатываемых деталей до температур T=500-600 °C и поддержание ее в процессе насыщения осуществляется только газовым электрическим разрядом, без применения каких-либо дополнительных нагревательных приборов. Охлаждение корпуса рабочей камеры от перегрева и для защиты вакуумных уплотнений реализуется путем пропускания проточной холодной воды сквозь полости, конструктивно выполненных в виде двойных стенок вакуумной камеры. На данной установке для проведения ионно-плазменного азотирования имеется смотровое окно для проведения визуального контроля процесса по свечению тлеющего разряда и еще имеется для обработки длинномерных деталей таких как валы, с помощью съемных колец высота камеры может быть увеличена.



**Рис.2. 1.** Электродуговая ионная шахтная вакуумная НШВ-9.18/6-И2.



**Рис.2.2** Пульт управления процессом.

## **2.2. Характеристика рабочей среды насыщения ионно-плазменного азотирования.**

В ходе нашего исследовательского эксперимента мы использовали газы для ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде такие как аммиак, азот, аргон и метан.

Для азотирования используют аммиак первого сорта по ГОСТ6221-70, который поставляется и хранится в жидком виде в баллонах. Баллоны с аммиаком должны устанавливаться в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающий двухкратный приток и трехкратную вытяжку. Безусловно все трубопроводы для подачи аммиака должны выполняться высокогерметичными. В качестве запорной регулирующей арматуры применяются специальные аммиачные вентили. Категорически исключается использование на аммиачных линиях деталей из меди и медных сплавов.

Физико-химические свойства и характеристики применяемых газов:

**Аммиак**-  $NH_3$  нитрид водорода, при нормальных условиях безцветный газ с резким характерным запахом, почти в двое легче воздуха, ядовит.

Жидкий аммиак хотя и в незначительной степени, диссоциирует на ионы, в чем проявляется его сходство с водой.

Молярная масса 10,0306 г/моль

Плотность 0,00077239 (н.у.)

Энергия ионизации  $10,18 \pm 0,01$  эВ

Температура плавления  $-77,73^\circ\text{C}$

Температура кипения  $-33,34^\circ\text{C}$

**Азот**-N двух атомный газ без запаха цвета, вкуса и запаха. Основной компонент воздуха (78,09 % объема)

Молярная масса 14,00728(г/моль)

Плотность 0,001251(н.у)

Температура плавления 63,29к ( $-209,86^\circ\text{C}$ )

Температура кипения 77,4к ( $-195,75^\circ\text{C}$ )

Удельная теплота плавления 0,720 кДж/моль



Удельная теплота испарения 5,57кДж/моль

Баллоны с азотом должны быть окрашены в черный цвет должны иметь надпись желтого цвета согласно ГОСТ26460-85 надпись должна содержать сведения о чистоте азота. В основном в баллоны для использования азота заправляют 3-вида азота (особой чистоты, высокой чистоты, повышенной чистоты).

**Аргон** – инертный газ с атомной массой 39,9, в обычных условиях – бесцветный, без запаха и вкуса, примерно в 1,38 раза тяжелее воздуха. Аргон считается наиболее доступным и сравнительно дешевым среди инертных газов. Аргон занимает третье место по содержанию в воздухе (после азота и кислорода), на него приходится примерно 1,3% массы и 0,9% объема атмосферы Земли. В промышленности основной способ получения аргона – метод низкотемпературной ректификации воздуха с получением кислорода и азота и попутным извлечением аргона. Также аргон получают в качестве побочного продукта при получении аммиака.

Газообразный аргон хранится и транспортируется в стальных баллонах (по ГОСТ 949-73). Баллон с чистым аргоном окрашен в серый цвет, с надписью «Аргон чистый» зеленого цвета.

Согласно ГОСТ 10157-79 газообразный и жидкий аргон поставляется двух видов: высшего сорта (с объемной долей аргона не менее 99,993%, объемной долей водяных паров не более 0,0009%) и первого сорта (с объемной долей аргона не менее 99,987%, объемной долей водяных паров не более 0,001%).

Аргон не взрывоопасен и не токсичен, однако при высокой концентрации в воздухе может представлять опасность для жизни: при уменьшении объемной доли кислорода ниже 19% появляется кислородная недостаточность, а при значительном снижении содержания кислорода возникают удушье, потеря сознания и даже смерть.

**Метан**-простейший углеводород, безцветный газ без запаха, малорастворим в воде, легче воздуха, химическая формула  $CH_4$ . При использовании в быту, в метан добовляют одоранты (обычно тиолы) со специфическим запахом.

Метан относят к токсическим веществам, действующим на центральную нервную систему. Накапливаясь в закрытых помещениях метан становится взрывоопасен. Обогащения одорантами делается для того чтобы, человек вовремя заметил утечку газа. На промышленных производствах эту роль выполняют дачики, и для таких случаев метан поставляет без добовления одорантов.

Взрывоопасен при концентрации в воздухе от 4,4% до 17%. Проявляет наркотические свойства и действия ослабляет малой растворимостью в воде и крови: Класс опасности-четвертый. Метан второй по значимости парниковый газ в атмосфере Земли после углекислого газа.

### 2.3. Материалы для исследования

В данной работе для проведения экспериментов в сфере ионно плазменного азотирования в двух разных средах мы использовали для исследования в качестве образцов свидетелей такие материалы как, сталь 40X, 40X13 и P6M5. Данные марки стали были выбраны, так как широко применяются в различных отраслях машиностроения.

Химический состав в % стали 40X

Таблица №2.1

Марка стали	Концентрация элементов %								
	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	Fe
40X	0,36-0,44	0,17-0,37	0,5-0,8	0,3	0,035	0,035	0,8-1,1	0,3	97

**Удельный вес:** 7820 кг/м<sup>3</sup>

**Твердость материала:** HB 10<sup>-1</sup> = 217 МПа ;

**Температура критических точек:** Ac<sub>1</sub> = 743 , Ac<sub>3</sub>(Ac<sub>m</sub>) = 815 ,

Ar<sub>3</sub>(Ar<sub>c<sub>m</sub></sub>)=730, Ar<sub>1</sub> = 693

**Обрабатываемость резанием:** в горячекатаном состоянии при HB 163-168

и  $\sigma_B=610$  МПа,  $K_{v\text{ тв. спл}}=1,2$  и  $K_{v\text{ б.ст}}=0,95$

**Склонность к отпускной хрупкости:** склонна

Сталь 40X применяется: для изготовления осей, валов, вал-шестерней, плунжеров, штоков, коленчатых и кулачковых валов, колец, шпинделей, оправок, реек, зубчатых венцов, болтов, полуосей, втулок и других улучшаемых деталей повышенной прочности.

Химический состав в % стали 40X13

Таблица №2.2

Марка стали	Концентрация элементов %							
	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Fe
40X13	0,36-0,44	0,6	0,6	0,6	0,025	0,03	12-14	84

**Удельный вес:** 7650 кг/ м<sup>3</sup>

**Термообработка:** Закалка 1030-1050 °С,воздух,нагрев 530 °С, 2ч

Температура ковки, :начинается при 1200 °С заканчивается 850 °С.

Сечение до 200 мм полвергается низкотемпературному отжигу.

**Твёрдость материала:** HB 10<sup>-1</sup> = 143 - 229 МПа

**Температура критических точек:** Ac<sub>1</sub> = 800 , Ar<sub>1</sub> = 780

**Обрабатываемость резанием:** в закаленном и отпущенном состоянии при HB 340

и  $\sigma_B = 730$  МПа,  $K_{v\text{ тв. спл}} = 0,6$ ,  $K_{v\text{ б.ст}} = 0,4$

**Свариваемость материала:** не применяется для сварных конструкций

**Жаростойкость:** стойкая до температуры 600 - 650 °С

Сталь 40X13 применяется: для изготовления пружин работающих при температурах до 400-450,рессоры, шариковые подшипники.

Марка стали	Концентрация элементов %											
	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V	Co	Fe
40X13	0,82-0,9	0,5	0,5	0,4	0,03	0,03	3,8-4,4	4,8-5,3	5,5-6,5	1,7-2,1	0,5	80

**Температура критических точек:**  $A_{c1} = 815$  ,  $A_{r1} = 730$

Сталь Р6М5 применяется: для изготовления быстрорежущих инструментов такие как фрезы, сверла, метчики небольших диаметров.

#### 2.4. Особенности приготовления экспериментальных образцов

При испытании непосредственно на поверхности необходимо обеспечить хорошую подготовку места измерения. Тщательная подготовка поверхности должна быть проведена по возможности в лаборатории, так как неаккуратная полировка или зачистка шкуркой приводит к неправильной интерпретации результатов. Качество подготовленной поверхности напрямую влияет на результат азотированного слоя[31].

Процесс подготовки образцов весьма трудоемок и занимает много времени. Для начала берется пруток из необходимого материала, определенного диаметра (в нашем случае это стали 40X, 40X13, Р6М5,  $D=20\text{мм}$ ) и отрезается на определенную длину (10 мм), далее начинаем процесс шлифования на нескольких типах шкурок, соблюдая порядок от первой к четвертой: №1 ЭМ14А20Н СФК – Шлифовальная шкурка на тканевой основе, среднезернистая(размер зерна 200-250 мкм), №2 ЭМ14А6Н СФК - Шлифовальная шкурка на тканевой основе, мелкозернистая(размер зерна 63-80 мкм), №3 ЭМ14А Р600 СФК - Шлифовальная шкурка на тканевой основе, , мелкозернистая(размер зерна 20-28 мкм), №4 ЭМ14А Р2000 СФК - Шлифовальная шкурка на тканевой основе, мелкозернистая(размер зерна 5-7 мкм).

Шлифовку необходимо выполнять возвратно-поступательными движениями, после смены очередной шкурки необходимо сменить направление шлифа на  $90^\circ$  относительно предыдущего. Шлифовать до момента полного исчезновения рисок оставшихся от предыдущей шкурки. После шлифовки на всех четырех шкурках, необходимо промыть образец в бензине для обезжиривания а затем (желательно в спирте) и приступить к окончательной полировке образца на алмазных пастах двух типов.

**Алмазная паста № 1:** АСМ28/20 мазеобразная консистенция, микропорошок из синтетических алмазов, для полирования и доводки различных материалов, параметр шероховатости обработанной поверхности 0,32-0,05 мкм.

**Алмазная паста № 2:** АСМ1/0 мазеобразная консистенция, микропорошок из синтетических алмазов, для полирования и доводки различных материалов, параметр шероховатости обработанной поверхности 0,25-0,02 мкм.

Для полировки образцов на алмазной пасте необходимо нанести немного пасты на ткань(бязь), расположить ткань на ровной поверхности (например стекло), смочить пасту бензином и полировать согласно последовательности при шлифовке. После полировки обработать образец спиртом, чтобы не оставалось следов пасты. В результате должна получиться зеркальная поверхность, которая обеспечит корректность полученных измерений.

Вышеперечисленные стадии подготовки поверхности образцов необходимы для получения корректных результатов измерения поверхностной твердости, определения величины шероховатости, толщины нитридной зоны.

## **2.5. Измерение микротвердости**

В данной исследовательской работе мы выбрали измерения микротвердости по методу Виккерса показаному на (Рис. 2.3). Этот метод измерения микротвердости основан на вдавливания алмазного индектора или

наконечника в форме правильной четырехгранной пирамиды в образец под действием нагрузки  $F$ , а угол между противоположными гранями  $136^\circ$ , приложенной в течении определенного времени, и измерении диагонали отпечатка  $d_1$ ,  $d_2$ , оставшихся на поверхности образца свидетеля после снятия нагрузки. По диагоналям отпечатка и углу  $\alpha$  при вершине пирамиды значения микротвердости вычисляли по формуле:

$$H = \frac{P}{S} = \frac{2 \times P \times \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.854 \times P}{d^2}$$

где  $d$  – диагональ отпечатка в мкм,  $\alpha$  – пространственный угол при вершине,

$P$  – нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику в граммах [30].

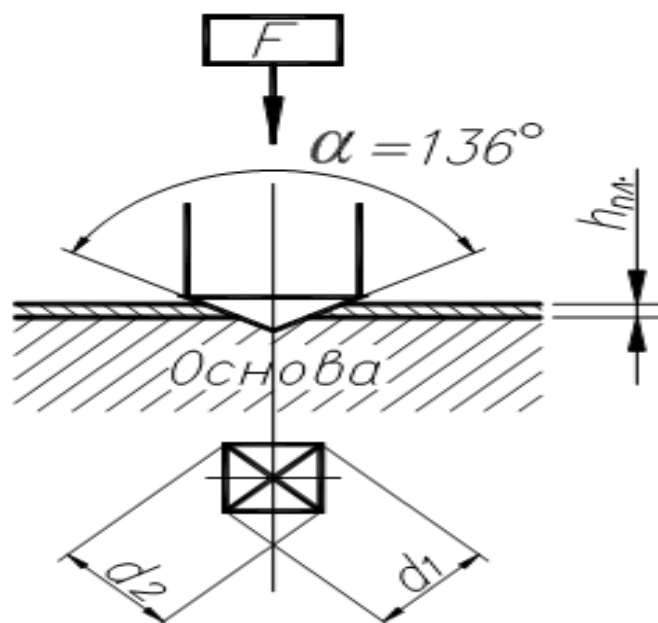
При испытании на микротвердость применяли нагрузки 0,49 и 0,981 Н (50 г и 100 г). Величина микротвердости определялась как среднее из пяти замеров. При нанесении отпечатков необходимо следить, чтобы расстояние от края образца до первого отпечатка составляло бы не менее 1.5 его диагоналей, а между двумя соседними отпечатками не менее двух - трех диагоналей большего из них. При малых размерах квадратного отпечатка (диагональ  $< 10$  мкм) погрешность определения твердости при увеличении 487 раз оптической системы прибора ПМТ-3 может достигать 20 %. По кривым распределения твердости оценивалась эффективная протяженность азотированного слоя, соответствующая значению, рассчитанному из соотношения:

$$H_{\text{эф}} = KH + \Delta \frac{H}{2}$$

где  $KH$  – твердость сердцевины (среднее значение из 5 замеров),  $\Delta H$  – разность между значением твердости на поверхности и твердостью сердцевины [30].

Определение твердости вдавливанием является наиболее наглядным и распространенным видом механических испытаний материалов. Он заключается в том, что в испытуемый материал под действием нагрузки,

действующей определенное время вдавливается индентор (наконечник) в форме шарика, конуса или пирамиды. При испытании на твердость деформируется некоторый объем материала. Чем меньше прилагаемая нагрузка, тем меньше деформируемый объем, тем точнее выявляется распределение свойств материала. Определение микротвердости осуществляется на приборе ПМТ-3 [30].



**Рис.2.5.1** Принцип действия прибора основанного на вдавливании алмазного индентора Виккерса.

Принцип действия прибора основан на вдавливании алмазного индентора Виккерса (рис.2.5.1), выполненного в виде правильной четырехгранной пирамиды, под определенной нагрузкой  $F$  (от 5 до 200 г.) в плоскую поверхность исследуемого материала и измерении линейной величины диагонали полученного квадратного отпечатка.

Величина твердости при вдавливании – среднее напряжение вдавливания, отнесенное к поверхности отпечатка и вычисляемое в кгс/мм<sup>2</sup> (килограмм сила на квадратный миллиметр)[30].

## 2.6. Метод оптической металлографии

Чтобы исследовать микроструктуру поперечного шлифа, выявить нитридный слой на поверхности образца, определить его толщину был использован метод оптической металлографии при больших увеличениях (x494 и x620) микроскопа.

Металлографический анализ заключается в исследовании структуры материалов при больших увеличениях с помощью микроскопа. В зависимости от требуемого увеличения, использование белого света и обычной оптической системы в микроскопах позволяет четко наблюдать все присутствующие фазы, их распределение и форму. Максимальная разрешающая способность оптической системы определяется из условий дифракции согласно уравнению:

$$d = \lambda(2n \cdot \sin \alpha/2)$$

где  $\lambda$  – длина волны излучения (для белого света 600 нм, для электронного пучка при ускоряющем напряжении 100 кВ – 0,0037 нм),  $n$  – коэффициент преломления,  $\alpha/2$  – половина угла раскрытия входящего пучка. Общее увеличение микроскопа можно определить опытным путем с помощью объект-микрометра – линейки на которой нанесен 1 мм с разбиением на 100 частей. В настоящей работе для наблюдения и фотографирования микроструктуры объектов применялись световой металлографический микроскоп ММР-4. Для выявления структуры азотированных слоев сталей, травление поперечных шлифов осуществляли 4% - ным раствором азотной кислоты в этиловом спирте.

При изготовлении шлифов возможно заваливание поверхности. Поэтому образцы готовятся, закрепляя их в специальные оправки с прокладками из поливинилхлоридной пленки. При этом удастся обеспечить жесткий контакт образца с оправкой и предотвратить завал края шлифа.

Исходя из материалов изложенного во второй главе, можно сказать, что оборудование, на котором проводятся эксперименты, методики исследований, измерений, подготовки поверхностей образцов находятся на высоком уровне,



не являются устаревшими, что позволяет проводить исследования на соответствующем уровне, и предоставлять корректные результаты. К тому же в значительной степени качество азотированного слоя зависит от величины исходной шероховатости поверхности.

При помощи оборудования, описанного во второй главе, были исследованы процессы без аммиачного азотирования стальных изделий в плазме тлеющего разряда низкого, которые представлены в следующих главах. На подготовленных и прошедших ХТО образцах была измерена микротвердость, так же с помощью оптического микроскопа исследовалась микроструктура поперечного шлифа.

## **2.6. Методика рентгеноструктурных исследований экспериментальных образцов.**

Качественный фазовый анализ структуры исследуемых образцов проводили рентгеноструктурным методом сравнения относительной интегральной интенсивности дифракционных линий экспериментальных значений с эталонными межплоскостными расстояниями. Вообще, помимо определения фазового состава исследуемого материала, рентгеноструктурный анализ позволяет определять следующие важные параметры [28]: тип кристаллической структуры (элементарной ячейки) и её размеры, микронапряжения, размеры областей когерентного рассеяния. Определение вышеуказанных параметров производится в результате получения и анализа дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей (обычно с длиной волны  $\lambda \sim 0,1$  нм), рассеянных электронами атомов облучаемого объекта [29, 30].

Каждая фаза, обладающая своей кристаллической структурой, имеет определенный набор межплоскостных расстояний, который на рентгенограмме характеризуется конкретной системой линий (дифракционных максимумов) различной интенсивности. Поэтому, фиксируя зависимость интенсивности рассеяния  $I$  от угла дифракции  $\theta$  и зная длину волны излучения  $\lambda$ , при которой была записана рентгенограмма, можно

определить значения межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$ , а по ним соответственно и атомно - кристаллическую структуру вещества, то есть период, число и расположение атомов кристаллической структуры. Основной формулой для определения  $d_{HKL}$  во всех случаях является формула Вульфа-Брегга:

$$2 \times d_{HKL} \times \sin\theta = \lambda$$

Для вычисления параметров кристаллической решетки по «квадратичным формам», определяют индексы интерференции ( $HKL$ ) каждой линии рентгенограммы (проводят индицирование рентгенограммы). Индексы интерференции равны произведению миллеровских индексов семейства плоскостей ( $hkl$ ), отражение от которых дает данную линию на рентгенограмме, на порядок отражения  $n$ :  $H=nh$ ;  $K=nk$ ;  $L=nl$ . Определив местоположение линий на рентгенограмме (значение угла  $\theta$ ), по формуле Вульфа-Брегга рассчитывается набор межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$ , соответствующих определенным значениям индексов  $HKL$ , которые позволяют установить, используя специальные таблицы, какую фазу представляет исследуемый материал. После индицирования рентгенограммы определяют размер (период) элементарной ячейки по известным из кристаллографии соотношениям. Например, для определения периода  $a$  кристаллической решетки материала, имеющего кубическую решетку, используют формулу:

$$a^2 = (d_{HKL})^2 \times (H^2 + K^2 + L^2)$$

В настоящей работе рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре общего назначения ДРОН - 7 в излучении с длиной волны ( $CoK\alpha$ )=1.78897 (Ang.) с квазифокусирующей схемой Брэгга - Brentano. Щели трубки = 8x0.5 мм, Щель Соллера = 1.5°мм, Щели детектора = 0.25x10 мм, Напряжение,  $U=33$  кВ, Сила тока,  $I=23$  мА, экспозиция в точке = 10 с. Регистрация дифракционной картины с поверхности плоских образцов осуществлялась при непрерывной записи без вращения образца во время

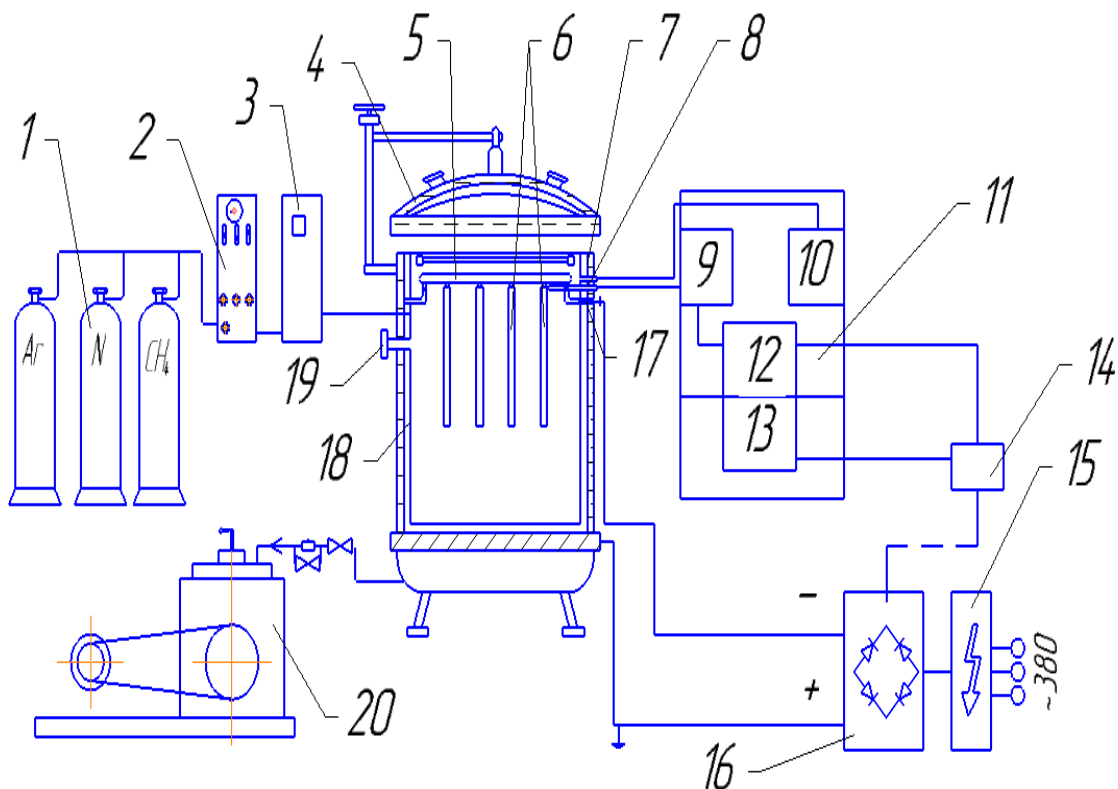
движения сцинтилляционного счетчика квантов рентгеновского излучения, сигнал с которого подавался на компьютер. Глубина слоя от поверхности образца до максимально возможной для получения информации в данном излучении составляет 4-8 мм. Поэтому картина дифракции будет представлена обобщенной, включающей и нитридный слой, и область твердого раствора внутреннего азотирования, находящегося под нитридной зоной.

## **Глава 3. Исследования основных этапов и параметров процессов формирования азотированных слоев**

В данной главе приводятся схема эксперимента и результаты исследования параметров процесса ионно-плазменного азотирования стальных деталей в зависимости от состава насыщающей среды. Подробно изложены этапы и параметры процессов. Проводится сравнительный анализ и сопоставление особенностей зажигания и поддержания плазмы для каждого вида рабочего газа. Исследуются характеристики разряда на различных стадиях обработки.

### **3.1. Описание структурной схемы эксперимента.**

Оборудование, предназначенное под азотирование в тлеющем разряде, должно обеспечивать регулирование и стабильное поддержание вакуумных и электрофизических параметров. В нашей работе для формирования газоразрядной плазмы тлеющего разряда была использована водоохлаждаемая вакуумная камера установки НШВ-9.18/6ИЗ (Рис. 3.1.1), технические характеристики которой приведены в раздел №2 настоящей диссертации. Работу по обслуживанию вакуумной печи ионного азотирования можно разделить на четыре основных этапа; подготовительный, пусковой, этап обработки (собственно азотирование), этап выгрузки изделий и отключения печи. Поскольку установка рассчитана на обработку промышленных деталей большой массы (от 10 до 600 кг), а, в связи с этим, обладает большой мощностью, экспериментальные образцы закладывали вместе с партией макетных деталей (Рис. 3.2.), чтобы обеспечить реальные характеристики работы оборудования в целом. Массу, габариты и конфигурацию макетных деталей не меняли на протяжении всего эксперимента и использовали многократно, чтобы сохранить единые условия обработки. Общая масса деталей вместе с катодной оснасткой установки во всех экспериментах сохранялась неизменной и составляла ~100 кг.



**Рис. 3.1.1** Структурная схема экспериментального оборудования на основе модулей установки НВШ-9,18/6ИЗ.

Пояснения к структурной схеме:

1-газовые баллоны ; 2- установка для приготовления смеси газов; 3- прибор для регулировки газов; 4-крышка водоохлаждаемая; 5-подвеска;6- детали подвергаемые азотированию; 7-камера водоохлаждаемая; 8-термопара; 9-потенциометр; 10-вакууметр; 11-пульт управления; 12-регулятор температуры; 13-блок стабилизации разряда; 14-регулятор напряжения; 15-высоковольтный трансформатор; 16-высоковольтный выпрямитель; 17-изолированный центральный токоввод; 18-теплозащитный внутренний экран;19-винтель для напуска воздуха в камеру;20-фарфакуумный насос.



**Рис. 3.1.2.** Расположения экспериментальных образцов (указано стрелкой), изготовленных из марок сталей 40X, P6M5, 40X13, в рабочем пространстве установки НВШ-9,18/6ИЗ.

Сравнительные эксперименты по особенностям упрочнения при ионном азотировании в разных насыщающих средах проводили на образцах из сталей 40X, P6M5, 40X13. В качестве рабочего газа использовали диссоциированный аммиак ( $\text{NH}_3$ ), а также смесь азота, аргона и метана ( $\text{N}_2$  75%, Ar 20%,  $\text{CH}_4$  5%). Для снятия температурных зависимостей в камере была установлена «хромель-капельная» термопара. Спай термопары в кварцевом чехле вставляли в глухое отверстие контрольного образца (вспомогательной детали). Кварцевый чехол исключает влияние электрического поля разряда на показания термопары и обеспечивает отсутствие электрического контакта термопары с поверхностью деталей, на которые подается отрицательный катодный потенциал от источника питания. С целью сопоставления режимов технологических процессов азотирования в тлеющем разряде при использовании рабочих сред различного состава были проанализированы, давления насыщающих сред, токи и напряжения разряда, температуры обрабатываемых объектов.

Начальная стадия для всех экспериментальных процессов была одинакова и заключалась в следующих действиях.

Азотируемые детали вместе с образцами свидетелями (темплатами) устанавливали в вакуумную камеру на подвеску (рис.3.2.), подключенную к отрицательной клемме источника питания, герметизируют и откачивают воздух из рабочего пространства до давления  $p \sim 10$  Па. Расстановку деталей в камере производят, руководствуясь следующими моментами. Известно, что расстояние между анодом (стенками камеры) и катодом (обрабатываемые детали) не влияет на результат азотирования, поскольку падение напряжения в разряде возникает непосредственно вблизи поверхности катода. Тем не менее, приближать детали к аноду на расстояние ближе, чем 40 – 50 мм не рекомендуется. Кроме того, чтобы избежать эффекта «полого катода» при повышенных давлениях насыщающей среды, вследствие чего резко возрастает плотность ионного тока, приводящая к переходу тлеющего разряда в дуговой, следует закрывать отверстия и протяженные щели шириной менее 10 мм специальными заглушками или экранами, а также соблюдать интервалы расстояний между деталями, находящихся под одним и тем же катодным потенциалом не менее, чем 40-50 мм. После эвакуации воздуха камеру продувают рабочим газом в течение 5-15 минут при давлении  $\sim 1000$  Па, затем откачивают камеру до давления  $\sim 10$  Па и, подавая на электроды (анод – стенки камеры, катод – обрабатываемые детали) напряжение от 100 до 600 В от источника питания, возбуждают тлеющий разряд. Промывку камеры перед зажиганием разряда целесообразно проводить до 3-х раз, причем рабочий газ не пропускается через камеру протоком, а камера заполняется рабочим газом с последующей его откачкой. Данная процедура предназначена для снижения концентрации остаточного воздуха в насыщающей среде.

### **3.2. Особенности подготовки и регулировки рабочих газовых смесей.**

Поскольку, в данной работе проводятся сравнительные исследования формирования азотированного слоя у стальных деталей в плазме

аномального тлеющего разряда при различных газовых смесях, ниже приводится информация об особенностях приготовления этих рабочих сред.

### **3.2.1. Процесс приготовления диссоциированного аммиака.**

Для получения газовой аммиачной среды из жидкого аммиака в разрядной области вакуумной камеры в стандартной промышленной установке НВШ-9,18/6ИЗ предусмотрен специальный высокотемпературный реактор, называемый ДИССОЦИАТОР. Диссоциатор вакуумно-плотно соединен трубопроводами с баллоном, наполненным жидким аммиаком и вакуумной камерой. В качестве нагревательного элемента в диссоциаторе установлен резистивный нагреватель мощностью 3 кВт, запитанный от однофазной электрической цепи напряжением 220 Вольт. Для получения азото-водородной газовой смеси из жидкого баллонного аммиака необходимо создать температуру в полости диссоциатора в диапазоне от 800 до 900 °С. Разогрев диссоциатора до такой температуры занимает примерно 70-90 минут.

Последовательность включения оборудования следующая. Включить нагрев диссоциатора. По достижении в диссоциаторе температуры 850°С (1-1,5 часа), включить подачу аммиака в диссоциатор, продуть нагревательную камеру диссоциированным аммиаком (азото-водородной смесью) в течении 5-6 минут при давлении 266÷800 Па (2÷6 мм.рт.ст.) для чего на блоке управления открыть кран «аммиак» и кран «диссоциированный аммиак» отрегулировав нужную подачу смеси регулятором на блоке управления БУЭН . При этом следует понимать, что при открывании крана «подачи газа» в нагревательную камеру в начальный момент времени попадает остаточный воздух из системы подачи аммиака. После продувки следует откачать камеру до давления ~10 Па. Продувка необходима для удаления остаточного кислорода воздуха на стенках камеры и изделия. Продувку нужно повторять 2-3 раза.



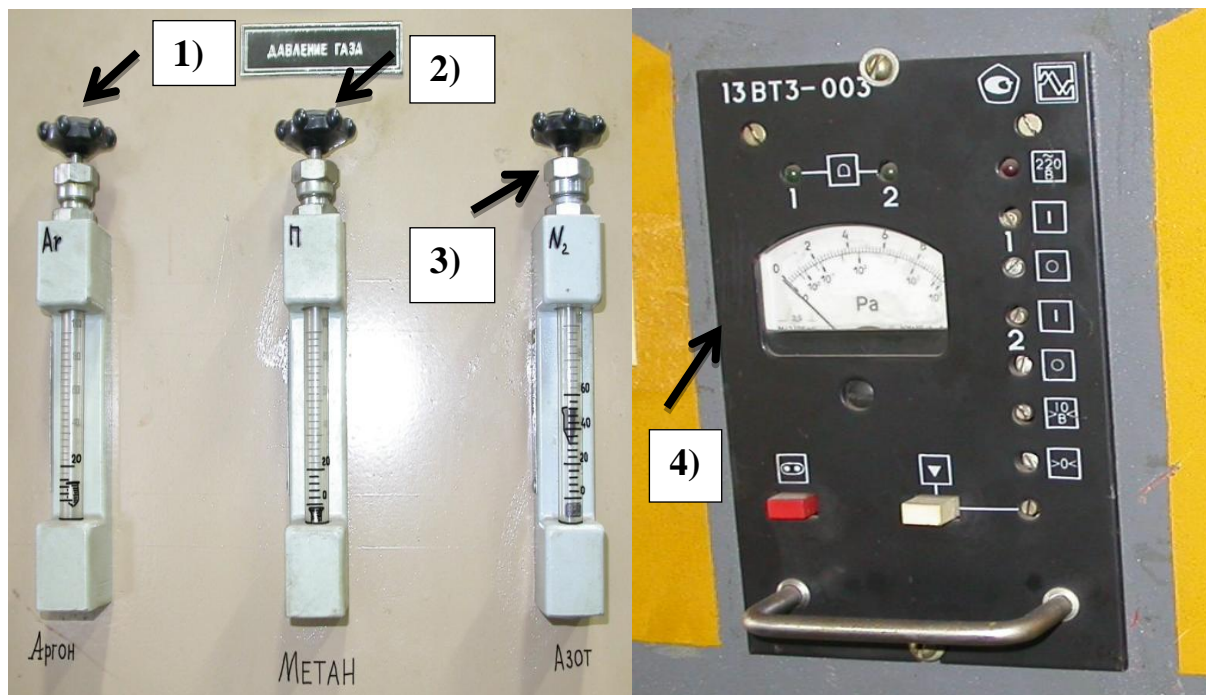
Очистка тлеющим разрядом производится при создании на поверхностях обрабатываемых изделий микродуг, обеспечивающих очистку поверхностей от окалин, ржавчины и оксидных пленок.

Длительность периода очистки тлеющим разрядом целиком определяется состоянием поверхности и степенью чистоты изделий. Незначительное повышение давления при очистке тлеющим разрядом и частичном разогреве изделий связано с газовыделением. Скорость нагрева садки определяется конкретным техпроцессом. Она должна обеспечивать равномерный прогрев садки во избежание короблений и поволоков изделий и обычно составляет 100-200°С в час.

### **3.2.2. Процесс приготовления смеси трех газов .**

Процесс приготовления смеси трех газов азот, аргон и метан: для начало надо включить подачу электроэнергии на шкафы управления. Далее включаем подачу воды на охлаждение фарвакуумного насоса только после этого мы можем включать сам фарвакуумный насос. Следом мы на пульте управления нажимаем кнопку электромагнитного клапана и процесс откачки начинается. При этом мы можем визуалью наблюдать, глядя на пульт управления, где находится вакуумерт 13ВТЗ-003 показанный на Рис.3.2.

Пока идет откачка нагревательной камеры, мы можем выставить давления смеси трех газов (азот, аргон и метан). Открываем баллоны с газами (азот, аргон и метан) и стараемся выставить давления с помощью редукторов по отдельности для каждого газа значение 1,5 атм. Далее на манометре установленном на шкафе управления и перепроверяем каждый газ по отдельности. Таким образом, входное давление для каждого газа будет одинаковым 1,5 атм. С помощью винтелей установленных на ротаметрах показанных на Рис.3.3. регулируем соотношения входящих газов их объемные доли.



**Рис.3.2.** Оборудования для контроля и состава газа в рабочем пространстве камеры: 1) ротаметор магистрали аргона, 2) ротаметор магистрали метана, 3) ротаметор магистрали азота, 4) вакууметор 13BT3-003.

Соотношение газов смеси должна быть ориентировочно следующие:

- N (азот) = 75%
- Ar (аргон) = 20%
- CH<sub>4</sub> (метан) = 5%

Выставление расходов обизательном порядке проводим при выключеном разряде и при максимальным открытом «БУЭНе» Пока мы выстовляем соотношения пропорций трех газов откачка в камере достигает до давления ( $5 \cdot 10^{-1}$ ) мм.рт.ст.

При этом давление в вакуумной камере установится на уровне 300-330 Па. Когда включаем разряд, значение тока устанавливается при этих параметрах на значение 20-25 А. Напряжение разряда 400В. Перед азоторованием целесообразно проверить нагрев и очистку поверхности изделий на чистом аргоне. При этом давление аргона не должно превышать 50 Па. Далее подмешиваем азот и выходим на температурный режим на двух газах (P= $\sim$ 330 Вольт). После этого нагретые изделия открываем кран для

подачи метана. Таким способом мы проводим азотирование в смеси трех газов продержав нужное нам время.

В данной исследовательской работе были использованы две газовые среды одна из них традиционное азотирование с применением диссоциированного аммиака и смесь трех газов азот, аргон и метан. Выше было описано особенности их приготовления так как из этих описаний можно сделать небольшое заключение. Таким способом можно уверенно сделать небольшой вывод; приготовление смеси трех газов намного практичнее и проще в приготовлении по сравнению с традиционным азотированием диссоциированным аммиаком так как на его приготовление уходит больше времени и затраты на электроэнергию для диссоцирования аммиака

Измерение давления осуществлялось терморезисторным манометрическим преобразователем ПМТ-6-3М-1. Регистрация значений вакуума проводилась с помощью вакуумметра 13ВТЗ-003. Газ в камеру напускался напрямую в объем камеры, а поток газа задавался одноканальной электромагнитной системой напуска с регулятором расхода газа БУЭН. Давление газа (аммиак или смесь азота, аргона и метана) в рабочем пространстве вакуумной камеры регулировалось в пределах 0,1–1000 Па путем изменения газового потока с помощью системы напуска и при постоянной скорости откачки. При давлении ниже 0,1 Па тлеющий разряд погасает и вновь не зажигается. При давлениях выше 1000 Па тлеющий разряд переходит в дуговую форму за счет увеличения плотности тока, вызванного интенсивной ионизацией рабочей среды.

### **3.3. Влияние давления рабочих газовых смесей на температуру нагрева деталей**

Нагрев деталей, находящихся под катодным (отрицательным) потенциалом, в тлеющем разряде зависит от целого ряда параметров. Примерно 80% энергии разряда превращается на катоде в тепло и существенно зависит от давления рабочего газа в вакуумной камере [34]:

$$W = kP^n \times 1,3 \cdot 10^2,$$

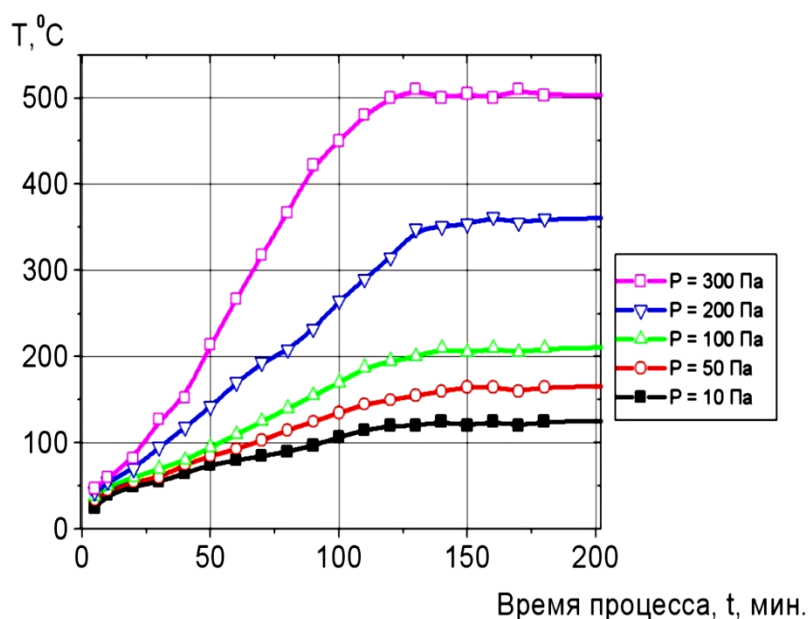
где  $W$ - удельная тепловая мощность на катоде;  $P$  – давление газа;  $k$  – коэффициент, зависящий от рода газа (азот, аргон, водород и т.п.);  $n$  – коэффициент, зависящий от материалов катода и анода разрядной системы ( $n \sim 2-3$ ). Температура газа при постоянном напряжении разряда  $U$  возрастает с увеличением давления (следовательно, плотности тока).

Управляемыми параметрами процесса нагрева в плазме тлеющего разряда помимо давления также являются [35, 36]: величина межэлектродного пространства  $L$ , ток разряда  $I$  и время  $t$ . Причем, на сегодняшний день установлено, что температура катода находится в линейной зависимости от величины тока разряда в широком диапазоне его изменения.

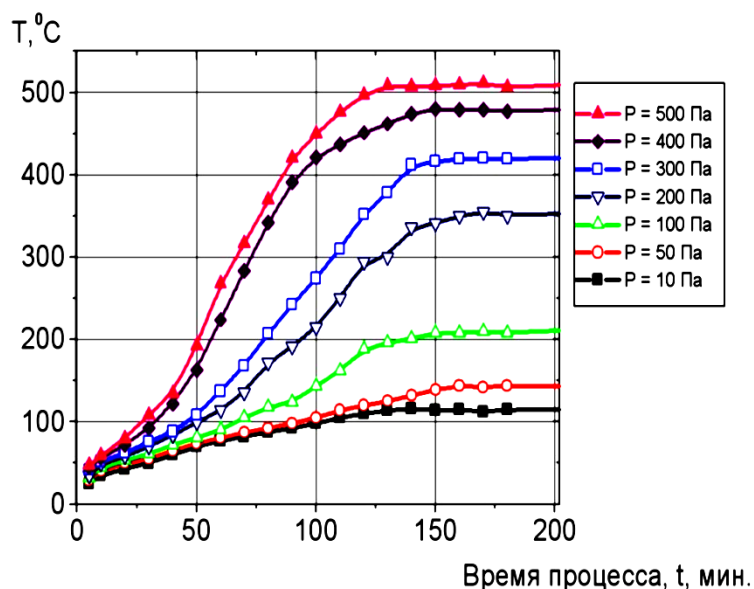
Неуправляемые параметры – напряжение на электродах  $U$ , вес (масса) деталей, состояние поверхностей и конфигурация анода и катода (наличие или отсутствие отверстий, каналов или полостей), теплопроводность материалов нагреваемых деталей и оснастки. Наименьшее изменение напряжения разряда происходит в чистых инертных газах, при этом численно прирост увеличивается с возрастанием атомного веса газа.

В настоящей работе процесс азотирования осуществлялся в двух типах азотосодержащих газовых средах. Поэтому была предпринята попытка исследовать кинетику нагрева стальных деталей в зависимости от составов газов, управляя только изменением давления, при всех прочих равных по значению параметров. При проведении экспериментов значения технологических параметров были следующими. Масса нагреваемых деталей вместе с оснасткой  $M = 100$  кг, площадь поверхности деталей  $S = 6000$  см<sup>2</sup>; напряжение горения разряда  $U = 500$  В; максимальный ток разряда  $I = 12$  А; диапазон исследуемых значений давлений рабочих газов  $P = 10 - 550$  Па. В процессе проведения экспериментов измеряли температуру нагрева деталей и время достижения данной температуры. По полученным данным были

построены зависимости кинетики нагрева стальных деталей (рис.3.3.1 и 3.3.2) в зависимости от состава насыщающей среды.



**Рис.3.3.1.** Зависимость изменения значений температуры деталей от давления рабочего газа в процессе обработки в тлеющем разряде в среде диссоциированного аммиака ( $\text{NH}_3$ ). Напряжение горения разряда  $U = 500 \text{ В}$ .

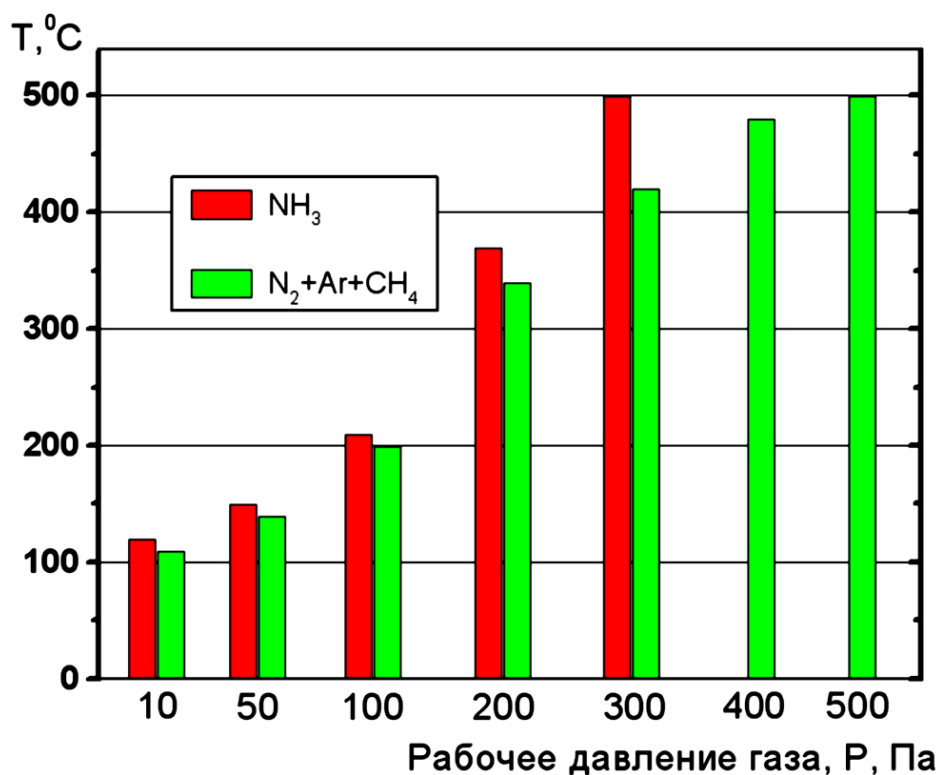


**Рис.3.3.2** Зависимость изменения значений температуры деталей от давления рабочего газа в процессе обработки в тлеющем разряде в среде 3-й смеси газов ( $\text{N}_2 + \text{Ar} + \text{CH}_4$ ). Напряжение горения разряда  $U = 500 \text{ В}$ .

Из полученных данных следует, что при низких значениях давления рабочего газа (менее 100 Па) в обеих средах не удаётся достичь температуры

$T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , при которой рекомендуется проводить диффузию азота в стальных деталях, с целью их упрочнения. В данном диапазоне давлений функционирования тлеющего разряда температура деталей не превышает  $T=200\text{--}250\text{ }^{\circ}\text{C}$ . При давлениях насыщающей среды свыше  $133\text{ Па}$  происходит резкое нарастание температуры, вызванное усилением процессов ионизации газа, что не противоречит общепринятым представлениям о свойствах тлеющего разряда. В этом оба процесса схожи. Однако, очевиден факт, что прирост температуры при одинаковом напряжении разряда ( $U=500\text{ В}$ ) существенным образом зависит от состава газа. В классической аммиачной среде ( $\text{NH}_3$ ) типового технологического процесса азотирования обрабатываемые детали нагреваются до  $T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$  при давлении  $P = 300\text{--}330\text{ Па}$  за  $\sim 2$  часа. В среде же, составленной из трех газов ( $\text{N}_2+\text{Ar}+\text{CH}_4$ ), требуемой температуры примерно за такое же время  $2\text{--}2,5$  часа удается достичь лишь при более высоком давлении  $P = 500\text{--}520\text{ Па}$ . При давлении тройной смеси на уровне  $P = 300\text{--}330\text{ Па}$  максимальная температура деталей не превышает  $T=420\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В этом принципиальное отличие рассматриваемых вариантов. Данное обстоятельство следует обязательно учитывать при разработке технологии упрочнения, так как недогревание деталей, в свою очередь, может приводить к замедлению процесса формирования азотированного слоя и снижению его качества.

На основе полученных экспериментальных данных можно представить обобщающую диаграмму динамики нагрева в плазме тлеющего разряда в зависимости от применяемой азотосодержащей среды (рис.3.3.3.) при постоянном напряжении с ростом величины давления.



**Рис.3.3.3.** Зависимость температуры нагрева деталей от состава азотосодержащей газовой смеси. Напряжение горения разряда  $U = 500$  В.

Тепловой разогрев катода с ростом давления увеличивает термоэлектронную эмиссию, а это, в свою очередь, приводит к возрастанию тока и снижению величины напряжения  $U$ . Поэтому тепловой разогрев катода нарастает лавинообразно и создает условия для перехода тлеющего разряда в дуговой. В связи с тем, что аномальный тлеющий разряд является неустойчивой формой, дальнейшее увеличение давления (для аммиачной среды свыше 350 Па и тройной смеси выше 520 Па приводит к переходу в дуговой разряд, что категорически нежелательно для процессов химико-термической обработки материалов. В дуговой фазе происходит плавление материалов, из которых изготовлены детали.

#### **3.4. Влияние состава и давления рабочей газовой смеси на плотность тока при нарастании напряжения тлеющего разряда.**

Как было показано выше, рост давлений в интервале от 133 – 500 Па обуславливает более сильный разогрев поверхности стальных деталей (катода). Причем, скорость нагрева и максимально достигаемая температура

деталей зависят от состава газа. Данные эффекты связаны с природой тлеющего разряда. Основные энергетические процессы, обеспечивающие существование и поддержание разряда, происходят в катодной области. Существование разряда обеспечивается электронами, эмитируемыми с катода при его бомбардировке положительными ионами рабочего газа, которые ускоряются электрическим полем вблизи катода. Эти электроны, ускоряясь в электрическом поле при движении к аноду, производят ионизацию нейтральных молекул газа, чем рождают новые электроны, движущиеся к положительному аноду, и новые ионы, направленные в своем движении к катоду. При ионизации молекул газов возникающие электроны и ионы создают свечение вблизи катода. На область катодной части тлеющего разряда приходится значительная доля (до 90%) величины напряжения разряда ( $U_k$  - катодное падение). Визуально эту область можно наблюдать в виде окаймляющей границы равномерного «тлеющего» свечения вблизи поверхности катода, отделённого от последнего тёмным пространством. При низких давлениях (от  $\sim 10$  до 100 Па) катодный слой имеет протяженность 40-50 мм. В этом диапазоне давлений при низких значениях катодного падения  $U_k$  ионизация газа происходит в основном при соударении электронов с молекулами и нейтральными атомами, а при высоких  $U_k$  заметнее проявляется ионизация газа положительными ионами. С увеличением давления от 133 Па до 500 Па ширина катодной части разряда уменьшается от 10 до 5 мм (рис.3.7), свидетельствуя о том, что с ростом напряжения разряда  $U_k$  область наибольшей ионизации смещается к катоду за счет увеличения числа заряженных частиц (положительных ионов). Положительные ионы ударяясь о поверхность катода (обрабатываемые детали) выбивают большее количество электронов, в связи с чем ток разряда также увеличивается.





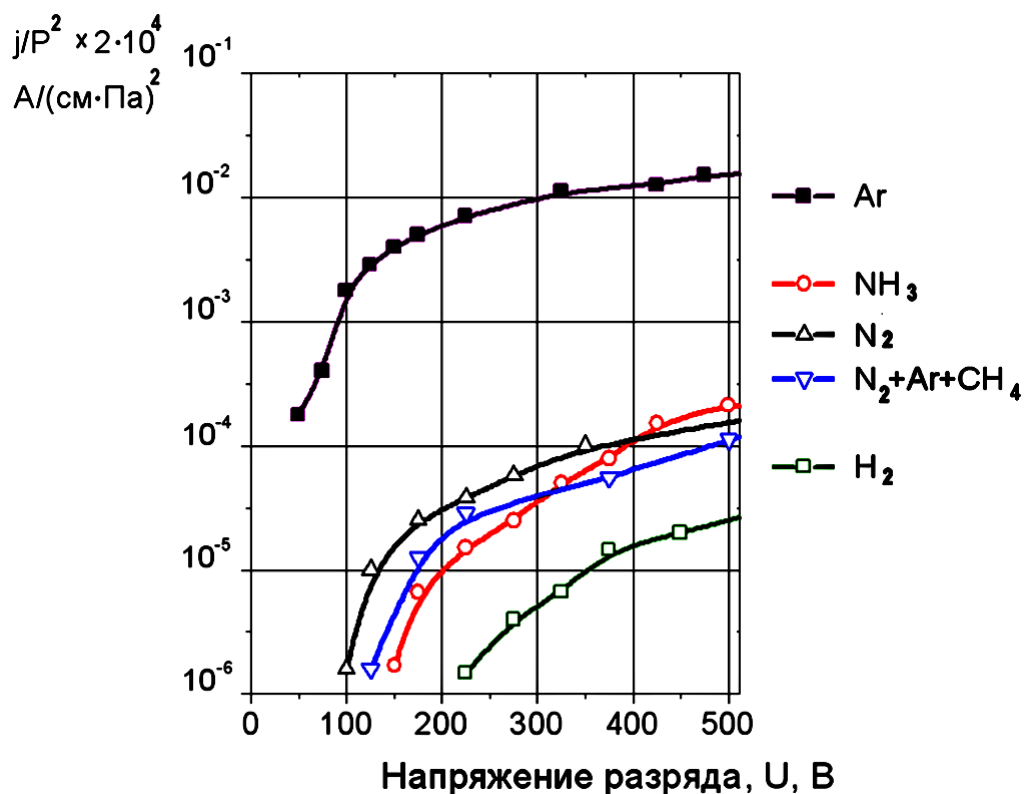
**Рис.3.4.1.** Характерный вид тлеющего разряда на стадии изотермической выдержки давление в камере 500Па, напряжение разряда 500В, ток разряда 12А.

Таким образом, одним из основных параметров тлеющего разряда, характеризующим мощность нагрева обрабатываемых деталей, является плотность тока разряда  $j$ . В связи с тем, что плотность тока с увеличением напряжения изменяется не линейно с изменением давления в рабочем пространстве вакуумной камеры, для характеристики тлеющего разряда применяют отношение  $j/P^2$  ( $P$  – давление рабочего газа, Па ).

В настоящей работе проведены исследования изменения мощности тлеющего разряда, характеризуемой параметром  $j/P^2$ , при изменении напряжения разряда для некоторых газовых сред, применяемых в ионно-плазменном азотировании. Плотность тока  $j$  вычислялась из измеренных параметров тока разряда и площади поверхности обрабатываемых деталей по формуле:

$$j = \frac{I(A)}{S(cm^2)}$$

В качестве рабочих сред взяли следующие газы: аргон, азот, диссоциированный аммиак, чистый водород и тройную смесь ( $N_2+Ar+CH_4$ ). Давление газов изменяли в диапазоне от 10 Па до 500 Па. Рассчитанные зависимости, построенные по экспериментальным данным, представлены на рис. (Рис.3.9).



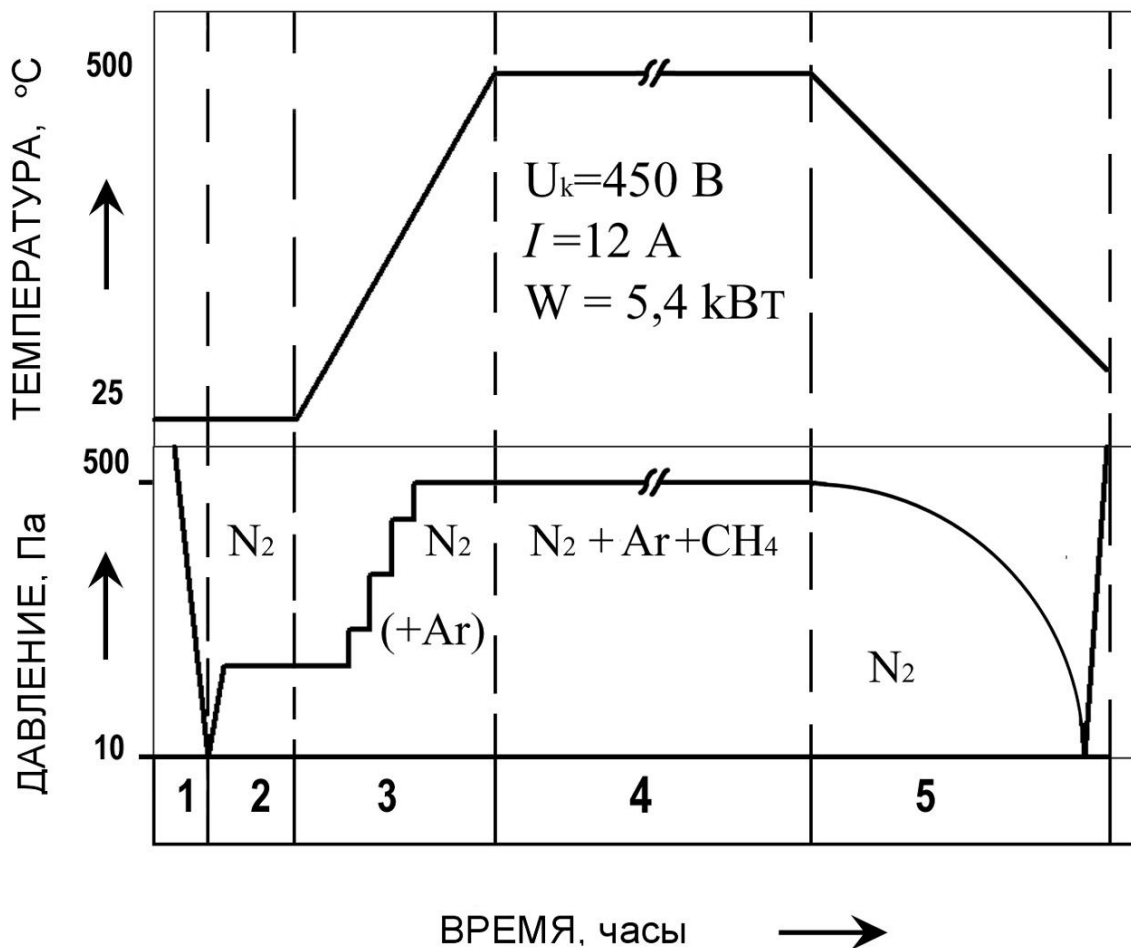
**Рис.3.4.2.** Характеристики аномального тлеющего разряда для стальных деталей в различных газовых средах.

Видно, что для всех газов плотность тока с увеличением напряжения разряда  $U_k$  возрастает немонотонно, а при постоянном  $U_k$  изменяется в зависимости от состава. Например, для получения более высокой плотности тока, чтобы разогреть детали, применение аргона предпочтительней азота или аммиака. Но аргон не участвует в диффузионных процессах химико-термической обработки для упрочнения стальных деталей, так как является инертным, а не активным, газом. Но благодаря его свойству обеспечивать высокую плотность тока, этот газ можно использовать в качестве добавки к активным газам, участвующим в азотировании. Показано, что для

азотоводородных смесей поведение зависимостей практически совпадает с поведением кривой для чистого азота. Тем не менее, следует обратить внимание на то, что плотность тока в аммиачной среде ( $\text{NH}_3$ ) с увеличением напряжения разряда нарастает более стремительно, чем для тройной смеси ( $\text{N}_2+\text{Ar}+\text{CH}_4$ ). То есть в диссоциированном аммиаке мощность разряда немного, но выше, чем в чистом азоте или тройной смеси. Применять чистый азот в тлеющем разряде для азотирования нецелесообразно из-за образования во время нагревания оксидных пленок на поверхности деталей, препятствующих диффузии. Это обсуждалось в литературе [1,2]. Оксидные пленки можно было бы убрать в результате катодного распыления при давлении менее  $P=133$  Па. Но при этом давлении из-за низкой плотности тока максимальная температура деталей не превышает  $T=200-250$  °С, которой недостаточно для диффузии. В интервале давлений от 133 Па до 500 Па повышение плотности тока вызывает более сильный разогрев поверхности катода (деталей), обеспечивающий проведение термохимической обработки сталей. Однако, при таком давлении эффект катодного распыления поверхности материала ослабляется и содержащиеся в остаточной атмосфере молекулы воздуха и воды провоцируют образование оксидных пленок. Поэтому для удаления оксидных пленок создают азото-водородные смеси.

### **3.5. Схема технологического процесса азотирования в тлеющем разряде.**

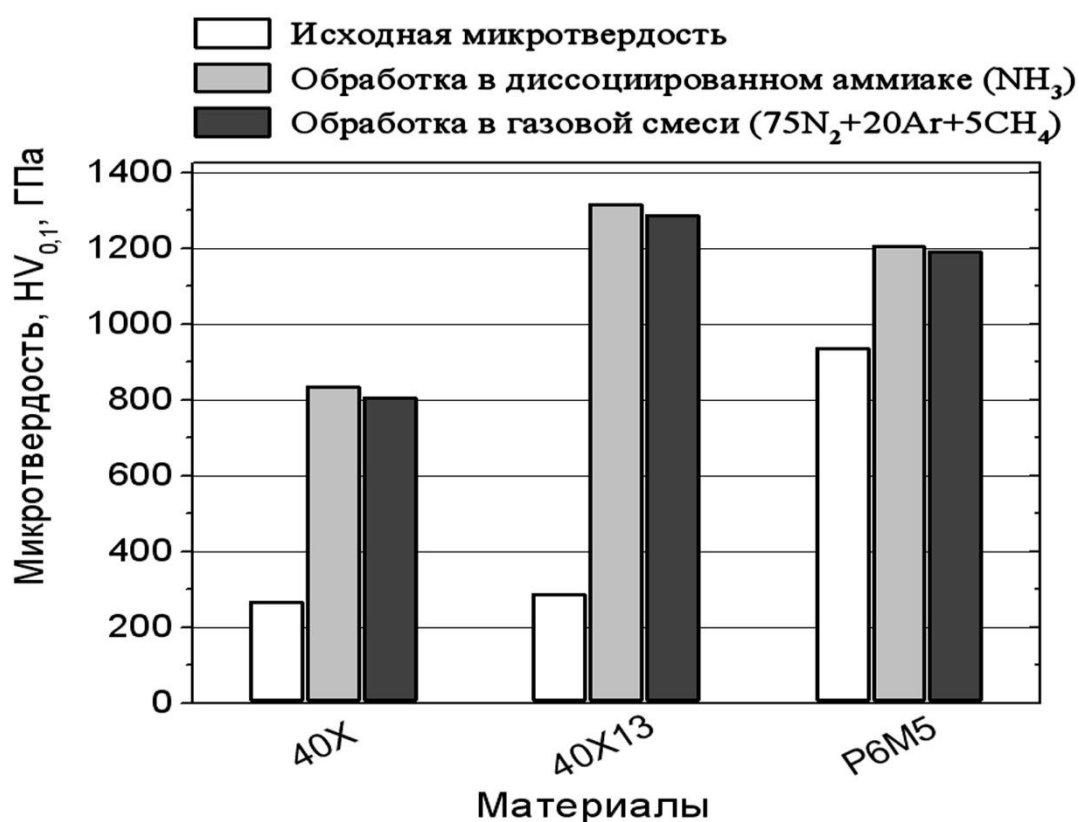
При сравнении с ионно-плазменным азотированием в аммиаке был разработан процесс азотирования в тлеющем разряде в котором происходит только замена традиционного аммиака на смесь трех газом а котором было подробно описанно в преведущих главах. Схема технологического процесса азотировани в тлеющем разряде при использовании смеси трех газов азот, аргон и метан показан на (Рис.3.5.1).



**Рис.3.5.1.** Температурно-временная схема процесса азотирования в плазме тлеющего разряда в тройной газовой смеси (75%N<sub>2</sub> + 20% Ar + 5% CH<sub>4</sub>).

- 1- стадия эвакуации воздуха из рабочей камеры после загрузки деталей;
2. – стадия катодного распыления поверхности обрабатываемых деталей при пониженном давлении, которая осуществляется после напуска рабочего газа и зажигания разряда;
3. – стадия нагрева деталей, совмещенного с катодным распылением, при постепенном увеличении давления;
4. – стадия изотермической выдержки (непосредственно процесс диффузионного насыщения) при максимальной мощности разряда;
5. – стадия выключения разряда и охлаждения деталей в остаточном вакууме.

В данной исследовательской работе по предлагаемой схеме была обработана серия промышленных деталей, вместе с которыми в рабочем пространстве установки были размещены образцы-свидетели из сталей, выбранных для исследований такие как 40X, 40X13 и P6M5. В работе проводятся исследования влияния состава рабочих газов на процесс азотирования и микротвердость поверхности образцов. В качестве рабочего газа использовался аммиак ( $\text{NH}_3$ ), а также смесь азота, аргона и метана ( $\text{N}_2$  75%, Ar 20%,  $\text{CH}_4$  5%). Ниже на (Рис.3.5.2) приведен результат азотирования после 8 часов изотермической выдержки при температуре  $T = 500^\circ\text{C}$ .



**Рис.3.5.2.** Зависимость значений микротвёрдости поверхности образцов, изготовленных из разных сталей, после азотирования в плазме тлеющего разряда в течение 8 часов в разных по составу насыщающих средах.

Как следует из результатов эксперимента (Рис.3.5.2.) твердость поверхности азотируемых в тлеющем разряде стальных деталей существенным образом зависит от состава материала и практически не зависит от состава рабочего азотосодержащего газа. Чем выше содержание

нитридообразующих элементов (например, хром, ванадий, молибден, титан и т.п.) в исходном материале, тем выше твердость поверхностного слоя после обработки. Вероятно, такая картина связана с образованием дисперсных нитридов легирующих элементов, которые обладают высокой твердостью. Данное обстоятельство может быть проверено с помощью химического или структурного анализа.

### **Выводы к третьему разделу.**

Процесс ионного азотирования в плазме тлеющего разряда в тройной среде ( $N_2 + Ar + CH_4$ ), реализуемый при  $T=500 - 550$  °С, аналогичен процессу в диссоциированном аммиаке и проводится также в две стадии: очистка поверхности катодным распылением и собственно высокотемпературное диффузионное насыщение. В данной работе показано, что состав насыщающей азотосодержащей газовой смеси при замене аммиака на тройную газовую смесь на конечный результат упрочнения существенного влияния не оказывает. Однако, состав рабочего газа заметно влияет на мощность разряда, необходимую для достижения и поддержания требуемой температуры диффузии. Из рассмотренных выше характеристик тлеющего разряда при разогреве деталей в разных по составу азотосодержащих средах, целесообразно придерживаться следующего технологического приема. Для получения необходимой температуры деталей, обеспечивающей благоприятные условия для протекания диффузионных процессов, следует при фиксированном значении напряжения разряда  $U_k \sim 400 - 500$  В изменять величину давления среды (следовательно, изменять степень ионизации газа, автоматически приводящую к нарастанию тока разряда), то есть приближаться к максимально допустимым режимам по току. Для аммиачной среды это давление не должно превышать значение  $P=300-330$  Па, для тройной смеси ( $N_2 + Ar + CH_4$ ) – не ниже 480 и не выше 520 Па. Точные значения в каждом отдельном случае могут незначительно корректироваться с учетом массы и геометрии обрабатываемых деталей.

Кроме того, не следует забывать, что аномальный тлеющий разряд с высокой плотностью тока  $j$  является неустойчивой формой и легко переходит в дуговой разряд. В данном аспекте дуга – недопустимый режим, поскольку вызывает локальный перегрев и плавление поверхности обрабатываемой детали и резко снижает общую температуру нагрева. Критические значения  $j$  и  $U_k$ , когда тлеющий разряд переходит в дуговой, зависят от ряда факторов. Показано, что изменения давления и состава газовой атмосферы не дают качественных изменений в условиях возникновения дуговых разрядов. Форма катода и состояние его поверхности, напротив, существенно влияют на переход тлеющего разряда в дуговой. Тщательно очищенные детали, являющиеся катодом, могут быть разогреты до более высокой температуры без перехода разряда в дугу, чем аналогичные, но с оксидными или масляными пленками. Поэтому стадия катодного распыления при низких давлениях разряда в данном виде химико-термической обработки является одним из ключевых этапов процесса. Так же необходимо закрывать специальными экранами или заглушками различные щели, углубления, каналы и зазоры на деталях (создающих эффект полого катода при давлениях выше 133 Па). В отсутствии щелей и зазоров стабильность тлеющего разряда для достижения высокой температуры можно сохранить при больших плотностях тока, чем при наличии зазоров.

Среди основных достоинств использования 3-й смеси ( $N_2 + Ar + CH_4$ ) в случае замены ею аммиака следует отметить следующее. Отсутствие диссоциатора, который потребляет каждый час мощность  $W \sim 3$  кВт, использование менее опасных газовых компонентов рабочей смеси, их стоимость и доступность, отсутствие специальных и жестких условий по их обслуживанию и хранению, простота в регулировании требуемого состава.

## **Глава 4. Сравнительные экспериментальные исследования по ионно плазменному азотированию в тлеющем разряде в зависимости от режимов и параметров процесса**

### **4.1. Основные этапы и процессы формирования азотированных слоев**

В работе проводятся исследования влияния состава рабочих газов на процесс азотирования и микротвердость поверхности образцов. Эксперименты проводились на образцах из сталей 40Х, Р6М5, 40Х13. В качестве рабочего газа использовался аммиак ( $\text{NH}_3$ ), а также смесь азота, аргона и метана ( $\text{N}_2$  75%, Ar 20%,  $\text{CH}_4$  5%). Для снятия температурных зависимостей в камере была установлена «хромель-капельная» термопара. С целью определения оптимальных режимов технологического процесса азотирования в тлеющем разряде были экспериментально определены пороговые значения температуры и времени при различных давлениях.

Последовательность операции при проведении технологического процесса следующая.

Азотируемые детали вместе с образцами свидетелями (темплатами) устанавливаются в вакуумную камеру на подвеску (рис.2, а), подключенную к отрицательному электроду источника питания, герметизируют и откачивают воздух из рабочего пространства до давления  $p \sim 100$  Па. После эвакуации воздуха камеру продувают рабочим газом в течение 5-15 минут при давлении  $\sim 1000$  Па, затем откачивают камеру до давления  $\sim 30$  Па и подавая на электроды (анод – стенки камеры, катод – обрабатываемые детали) напряжение от источника питания возбуждают тлеющий разряд. Промывку камеры перед зажиганием разряда целесообразно проводить до 3-х раз, причем рабочий газ не пропускается через камеру протоком, а камера заполняется рабочим газом с последующей его откачкой. При постепенном увеличении напряжения до значения  $U \sim 900$  и поддержании этой величины на протяжении 20-30 минут осуществляется стадия катодного распыления поверхностей деталей при низком давлении рабочей среды. В этом режиме наблюдается широкая область темного катодного свечения а на поверхности



деталей пробегают микродуги при малом токе разряда ( $<1$  А). На этой стадии детали нагреваются до температуры не выше  $\sim 200$  °С, а также очищаются от адсорбированных газов и незначительных загрязнений органического происхождения, которые остались не удаленными в результате предварительной вневакуумной обработки.

После обработки поверхности по режиму катодного распыления давление рабочего газа постепенно повышают до значения  $p \sim 665 - 790$  Па. При повышении давления уменьшается протяженность катодного слоя свечения разряда, которое равномерно распределяется по поверхности детали, повторяя её контуры (рис.2, б). Одновременно с повышением давления начинает расти ионный ток и снижаться величина напряжения разряда. В этих условиях начинает резко расти температура обрабатываемых деталей от  $200$ °С, которая примерно через 30 минут достигает значений  $\sim 500-520$  °С. Скорость нагрева зависит от соотношения площади поверхности и массы деталей. С момента, как температура достигнет  $\sim 500$  °С начинается второй и основной этап процесса – изотермическая выдержка. Это, собственно говоря, и есть процесс формирования диффузионного слоя. От времени изотермической выдержки зависит протяженность азотированного слоя.

Технологические режимы на этом этапе во всех наших экспериментах изменялись в следующих пределах:

Рабочие газы:

аммиак ( $\text{NH}_3$ ),

смесь газов ( $\text{N}_2$  75%, Ar 20%,  $\text{CH}_4$  5%)

Давление в камере:  $p = 500-800$  Па;

Напряжение горение разряда:  $U = 500-800$  В;

Ток разряда:  $I_p = 10-15$  А;

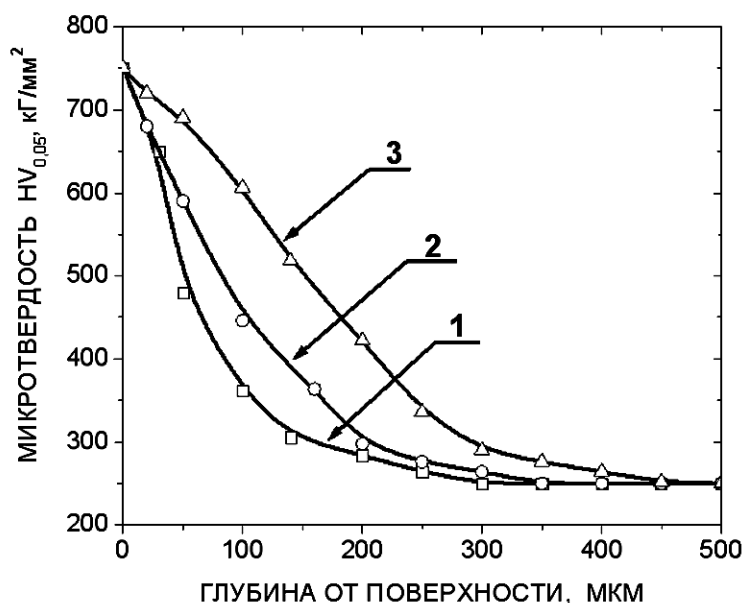
Температура обрабатываемых образцов:  $T = 520$  °С,

Длительность этапа изотермической выдержки от 2 до 24 часов.

После изотермической выдержки детали охлаждаются до комнатной температуры в остаточном вакууме после выключения форвакуумного насоса. При этом скорость охлаждения по сравнению с традиционным печным наревом выше, так как при ионной обработке нагреваются изделия, анагрев стенок контейнера (рабочей камеры) за счет теплоизлучения и конвекции в условиях вакуума незначителен.

#### 4.2 Влияние режимов процесса азотирования в тлеющем разряде на параметры упрочненных поверхностных слоев.

На графике, приведенном на рис.4.2.1, можно пронаблюдать изменение распределения твердости по глубине, в зависимости от времени обработки. Видно, что увеличение длительности азотирования в тлеющем разряде ведет к росту эффективной толщины модифицированного слоя и увеличению его твердости. При этом во всех случаях наблюдается плавное (без резкого перепада) снижение значений твердости по всей глубине слоя.



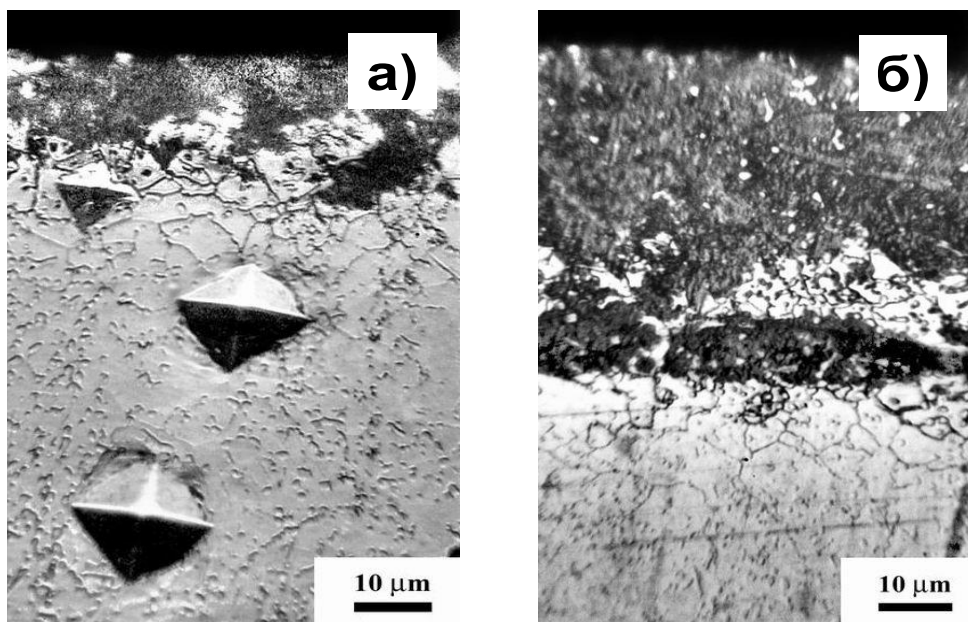
**Рис. 4.2.1** Распределение значений микротвердости по глубине от поверхности в стали 40X после азотирования в тлеющем разряде при  $T=520$  °C: 5 часов (1), 15 часов (2); 30 часов (3).

Представляло интерес рассмотреть эффективность азотирования в дуговом разряде по сравнению с тлеющим на высоколегированной мартенситного класса стали 40X13. В экспериментах эта сталь применялась в

двух состояниях: в состоянии поставки и после закалки. Получены следующие результаты.

Было обнаружено, что твердость поверхности стали 40X13 значительно превышает поверхностную твердость стали 40X, азотированной в тлеющем разряде. Уже после 2-х часового азотирования значения микротвердости составляют  $\sim 1300$  кГ/мм<sup>2</sup> для обоих состояний стали 40X13. Увеличение времени азотирования в тлеющем разряде до 8 часов не вызывает значительного роста твердости.

На рис. 4.2.2 представлены микроструктуры поперечных шлифов стали 40X13 в состоянии поставки, для стали 40X13 закаленной азотированных в течение 2 часов (а) и 8 часов (б) .



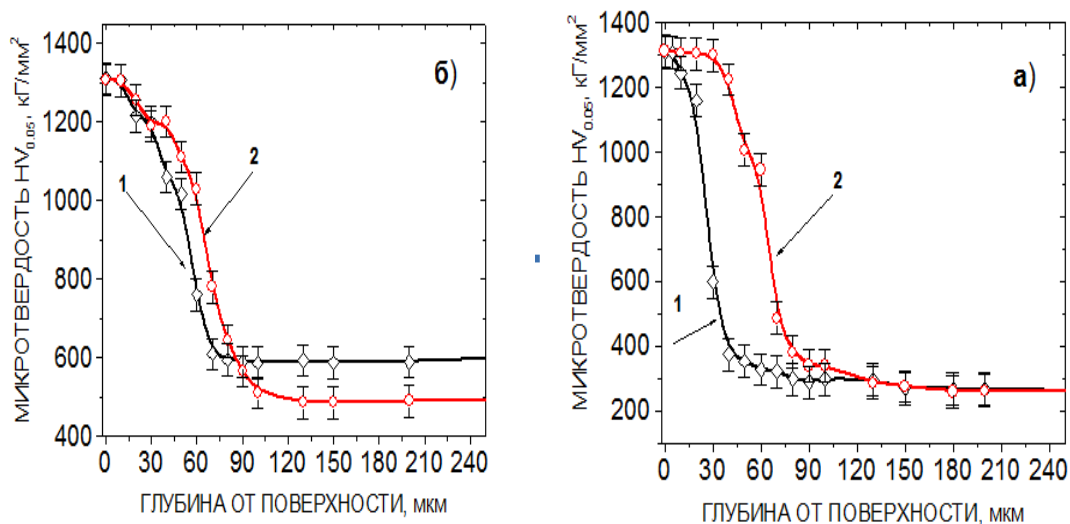
**Рис. 4.2.2** Микроструктура поперечного шлифа стали 40X13 в состоянии поставки (снято при увеличении  $\times 620$ ):

**а** – после азотирования в тлеющем разряде аммиака ( $\text{NH}_3$ ) в течение 2 часов;  
**б** – после азотирования в тлеющем разряде ( $\text{NH}_3$ ) в течение 8 часов.

Для стали 40X13 в состоянии поставки и закаленной протяженности слоев, сформировавшихся в результате азотирования в тлеющем разряде, значительно превышают толщину слоев обнаруженных у низколегированной стали 40X. Используемый травитель выявил общий азотированный слой протяженностью  $\sim 20 - 25$  мкм после 2 часов азотирования для обоих

состояний стали 40X13. Если после 2 часов протяженности образовавшихся слоев имеют практически одинаковые значения, то после 8 часового азотирования их протяженности возрастают до значений  $\sim 50$  мкм у стали 40X13 в состоянии поставки и до величины  $\sim 60 - 65$  мкм у стали 40X13 закаленной. Подобная картина наблюдается после азотирования на смеси газов (азот – аргон - метан).

Следует отметить, что результаты тестов по микротвердости, изображенные на рис 4. (а) и (б), свидетельствуют о незначительном упрочнение поверхностных слоев после 8 часовой обработки по сравнению с 2 часовым азотированием. Максимальные значения твердости сохраняются на протяжении  $\sim 10$  мкм от поверхности. Вдоль всей толщины азотированных слоев наблюдаются градиентный спад микротвердости до значений твердости сердцевины.

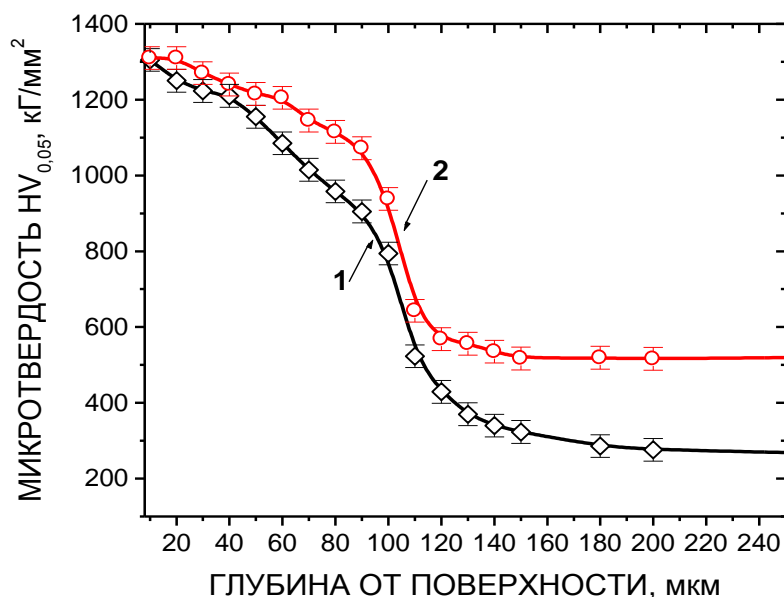


**Рис. 4.2.3** Графики распределения микротвердости по глубине образцов из стали 40X13 в состоянии поставки (а) и закаленной (б):

- 1 – после азотирования в тлеющем разряде аммиака (NH<sub>3</sub>) в течение 2 часов;
- 2 – после азотирования в тлеющем разряде аммиака (NH<sub>3</sub>) в течение 8 часов.

Протяженность слоев повышенной твердости (рис 4.2.3), сформированных после 8 часового азотирования в плазме тлеющего разряда без аммиака (в тройной газовой смеси азот – аргон - метан), почти на

10-15 % превышает толщину упрочненных слоев за те же 8 часов, полученных после азотирования в аммиаке (Рис. 4.2.4).



**Рис. 4.2.4** Графики распределения микротвердости по глубине образцов из стали 40X13 в состоянии поставки (1) и закаленной (2) после азотирования в тлеющем разряде тройной смеси газов (азот – аргон -метан) в течение 8 часов.

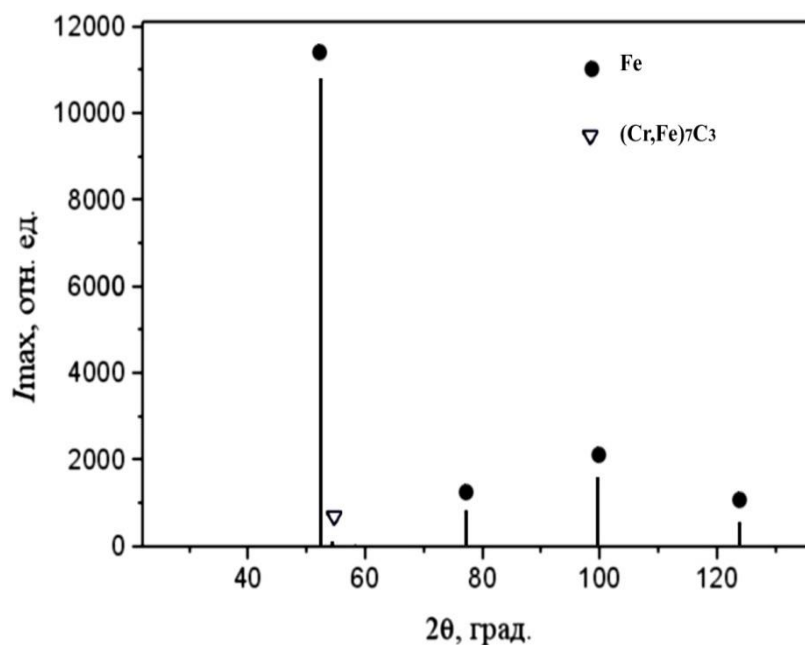
Наблюдается явное преимущество использования тройной смеси в тлеющем разряде, применение которой в отличие от аммиака позволяет значительно ускорить и интенсифицировать процесс упрочнения. Одной из причин, объясняющей это, является наличие в смеси углеводородного газа. Благодаря метану при высокой температуре происходит одновременное увеличение концентраций как азота, так и углерода, с образованием карбонитридов легирующих элементов. Морфологию и удельное содержание карбонитридов планируется исследовать с помощью методов рентгеноструктурного анализа. Обращает на себя внимание факт, что высоколегированные стали имеют более высокие значения поверхностной твердости, что, в общем-то, не противоречит литературным данным.

### 4.3. Сводная таблица результатов по азотированию в тлеющем разряде на аммиаке и в тройной газовой смеси

Вид стали	Температура процесса азотирования (°С)	Состав рабочей среды	Время азотирования (ч)	Микротвердость на поверхности (кГ/мм <sup>2</sup> )	Общая толщина азотированного слоя (мкм)	Толщина нитридной зоны (мкм)
40X	500-520	NH <sub>3</sub> (аммиак)	2	710	110	-
			8	830	160	3-4
		N-Ar-CH <sub>4</sub> (смесь газов)	2	700	120	-
			8	800	180	4-5
40X13	500-520	NH <sub>3</sub>	2	1200	120	-
			8	1300	180	10
		N-Ar-CH <sub>4</sub>	2	1200	150	6
			8	1290	200	16
P6M5	500-520	NH <sub>3</sub>	2	1250	20	-
			4	1280	100	6
		N-Ar-CH <sub>4</sub>	2	1240	40	-
			4	1290	130	9

#### 4.4. Исследование влияния состава рабочего газа при азотировании в тлеющем разряде на структурно-фазовое состояние поверхностного слоя образцов из конструкционной стали 40X.

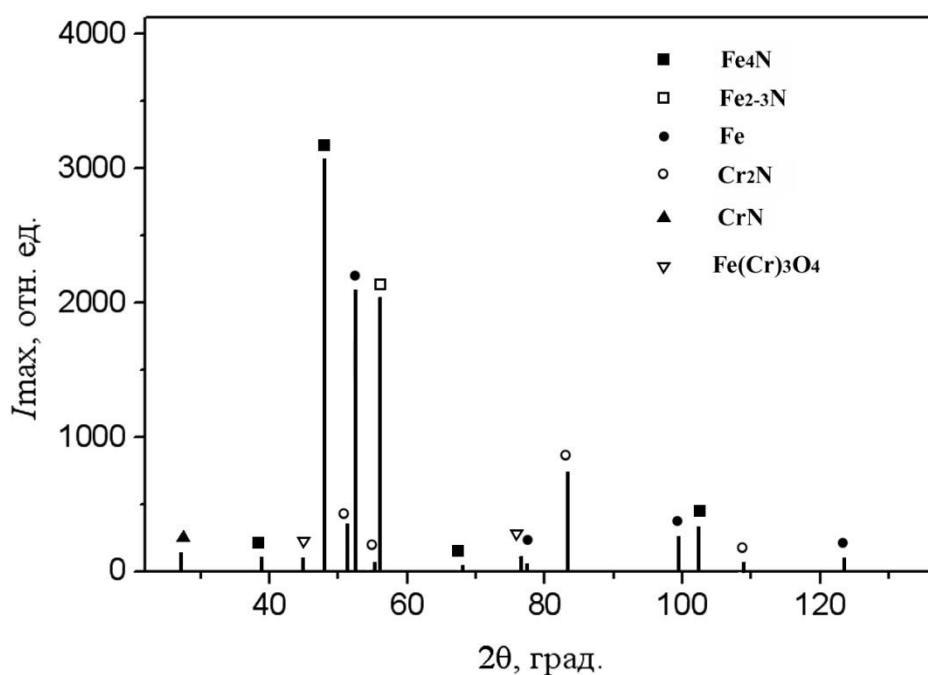
Сравнительное исследование фазового состава поверхности после азотирования проводили с использованием рентгеноструктурного анализа, представленного во 2-й Главе настоящей работы. Эксперименты проводили на образцах из незакалённой стали 40X с исходной феррито-перлитной структурой. Сопоставляли результаты, полученные после азотирования в двух типах насыщающих сред: диссоциированный аммиак ( $\text{NH}_3$ ) и тройная газовая смесь ( $75\%\text{N}_2 + 20\%\text{Ar} + 5\%\text{CH}_4$ ). Предварительную ионную очистку проводили на смеси  $\text{N}_2 + \text{Ar}$  при давлении  $P = 10\text{-}50$  Па, напряжении разряда  $U_k = 500$  В, токе разряда  $I = 0,4$  А. При массе загруженных деталей  $\sim 100$  кг время очистки и нагрева до температуры  $T = 250$  °С составило около 60-70 минут. После ионной очистки в режиме катодного распыления образцы подвергали ионному азотированию при температуре  $T = 500$  °С в течении 10 часов. На (рис.4.4.1.) показаны дифрактограммы снятые с поверхности исходных образцов и образцов, прошедших химико-термическую обработку в двух типах насыщающих сред.



**Рис.4.4.1** Схема дифрактограммы образца из стали 40X в исходном феррито-перлитном состоянии.

На дифрактограмме поверхности исходного образца из стали 40X видна кристаллическая структура, характерная только для Fe- $\alpha$  (ОЦК, феррит). Другие рефлексы не обнаруживаются, либо их интенсивность находится на уровне фонового «шума». Параметр кристаллической решётки, измеренный в направлении нормали к исследуемой поверхности составляет  $a_{\perp}=2.8690\pm 0.0005$  Å.

На дифрактограмме (Рис.4.4.2) поверхности образца 40X после азотирования в аммиаке ( $\text{NH}_3$ ) при температуре  $T=500$  °C в течении 10 часов обнаружены рефлексы  $\epsilon$ -фазы  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\gamma'$ -фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$ , а также фазы состоящие из нитридов хрома  $\text{CrN}$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$  и незначительная доля сложного оксида  $\text{Fe}(\text{Cr})_3\text{O}_4$ . Исходная кристаллическая структура Fe- $\alpha$  (ОЦК) сохранилась. Её параметр решётки незначительно увеличился  $a_{\perp}=2.873\pm 0.001$  Å.

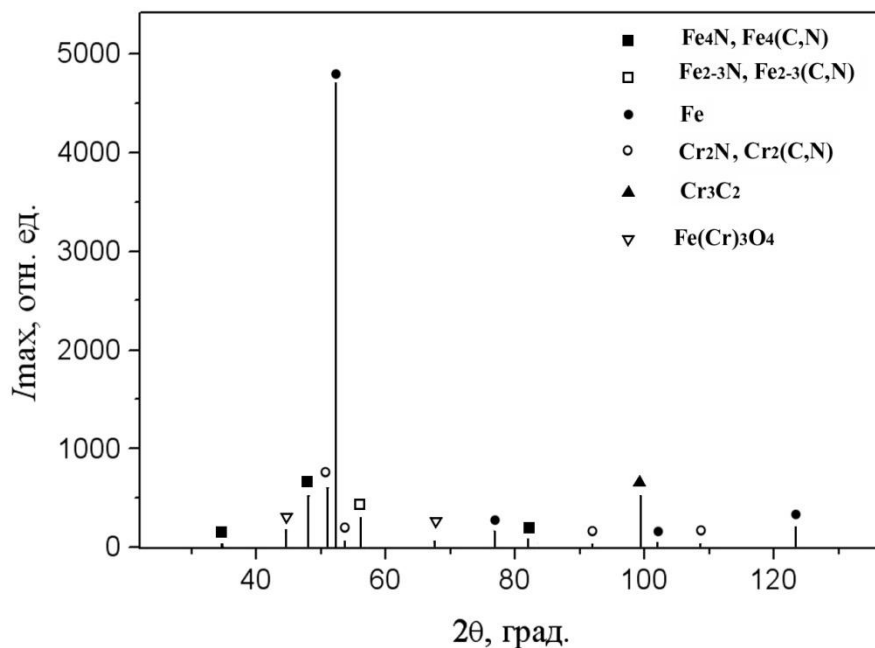


**Рис.4.4.2** Схема дифрактограммы образца из стали 40X после ионного азотирования в плазме тлеющего разряда в среде диссоциированного аммиака ( $\text{NH}_3$ ). Температура  $T=500$  °C, время  $t=10$  часов.

На дифрактограмме (Рис.4.4.3) поверхности образца 40X после азотирования в тройной азотосодержащей смеси без аммиака ( $75\% \text{N}_2 + 20\% \text{Ar} + 5\% \text{CH}_4$ ) при температуре  $T=500$  °C в течении 10 часов также



обнаружены рефлексы  $\varepsilon$ -фазы и  $\gamma'$ -фазы. Но в отличие от предыдущего случая здесь явно наблюдаются карбонитридные варианты этих фаз  $\text{Fe}_2\text{-}_3(\text{C,N})$ ,  $\text{Fe}_4(\text{C,N})$ , а также фазы, состоящие из карбидов и карбонитридов хрома  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ,  $\text{Cr}_2(\text{C, N})$ . Полученные данные свидетельствуют, что вследствие обработки в смеси азота, аргона и метана происходит интенсивная диффузия углерода в приповерхностные слои образца и обогащение  $\gamma'$ -фазы углеродом. Незначительная доля сложного оксида  $\text{Fe}(\text{Cr})_3\text{O}_4$  здесь также присутствует. Исходная кристаллическая структура  $\text{Fe-}\alpha$  (ОЦК) с параметром  $a_1=2.8747\pm 0.0007 \text{ \AA}$  также сохраняется.



**Рис.4.4.3.** Схема дифрактограммы образца из стали 40X после ионного азотирования в плазме тлеющего разряда в среде тройной азотосодержащей смеси без аммиака ( $75\% \text{N}_2 + 20\% \text{Ar} + 5\% \text{CH}_4$ ). Температура  $T=500 \text{ }^\circ\text{C}$ , время  $t=10$  часов.

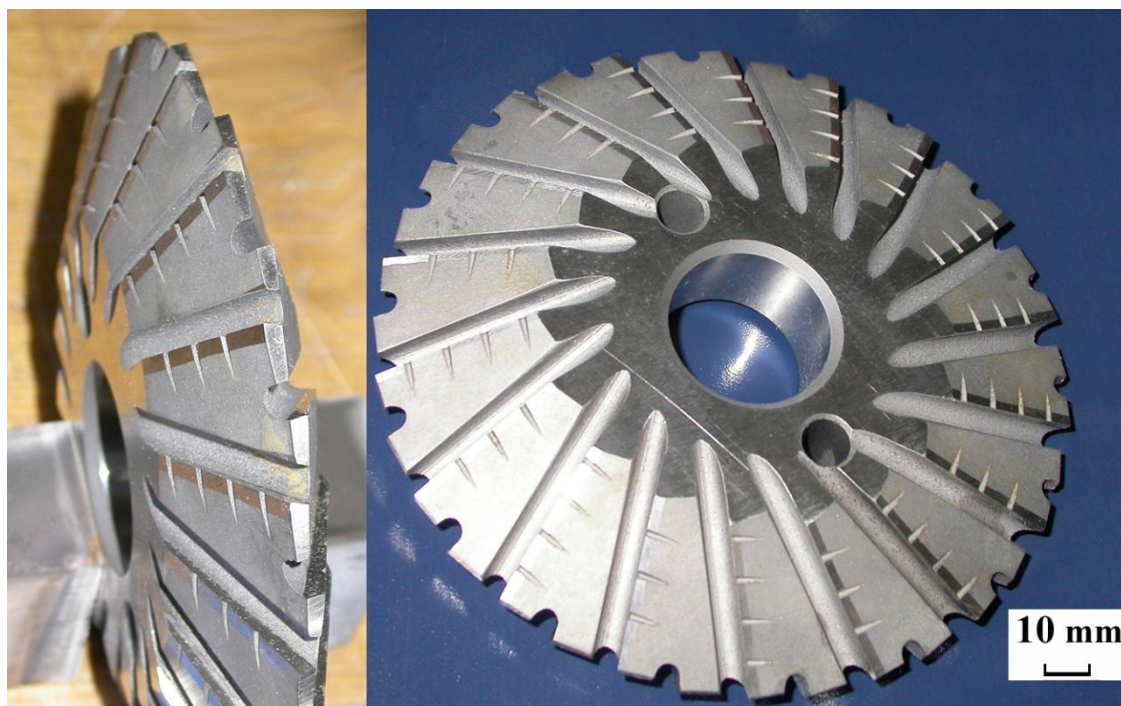
Именно наличие нитридных и карбонитридных  $\varepsilon$  и  $\gamma'$ -фаз обеспечивает существенное увеличение твердости на поверхности стальных образцов после азотирования, по сравнению с твердостью исходного материала. В частности, для стали 40X твердость поверхности после нескольких часов азотирования либо в аммиачной среде, либо в тройной азотосодержащей атмосфере с добавлением метана, достигает значений  $800\text{-}850 \text{ кг/мм}^2$  (рис.3.11.). Однако абсолютные численные значения этого параметра

незначительно, но отличаются в зависимости от состава насыщающей среды. Объяснения этому факту можно найти в литературе.

В работах [1] на примере классической газовой нитроцементации в смеси аммиака с пропан бутаном было отмечено, что при одновременной диффузии азота и углерода в сталь различные параметров решётки твердого раствора и формирующихся на поверхности  $\epsilon$  и  $\gamma'$ -фаз менее значительное по сравнению с насыщением стали только азотом. Поэтому карбонитридные фазы, получаемые при одновременном диффузионном процессе углерода и азота, по сравнению с диффузией чистого азота, получаемого из аммиака, менее хрупкие и обладают повышенной износостойкостью.

#### **4.5 Анализ эффектов упрочнения в тлеющем разряде инструмента для ремонта трубопроводов в нефтегазовой промышленности.**

В работе были проведены экспериментальные исследования возможности использования метода ионного азотирования в тлеющем разряде с применением вместо аммиака газовой смеси состава  $75\% \text{N}_2 + 20\% \text{Ar} + 5\% \text{CH}_4$  для упрочнения режущей кромки отрезных фрез, изготовленных из быстрорежущей стали P6M5 (рис.4.5.1).



**Рис.4.5.1** Общий вид отрезных фрез изготовленных из стали P6M5.

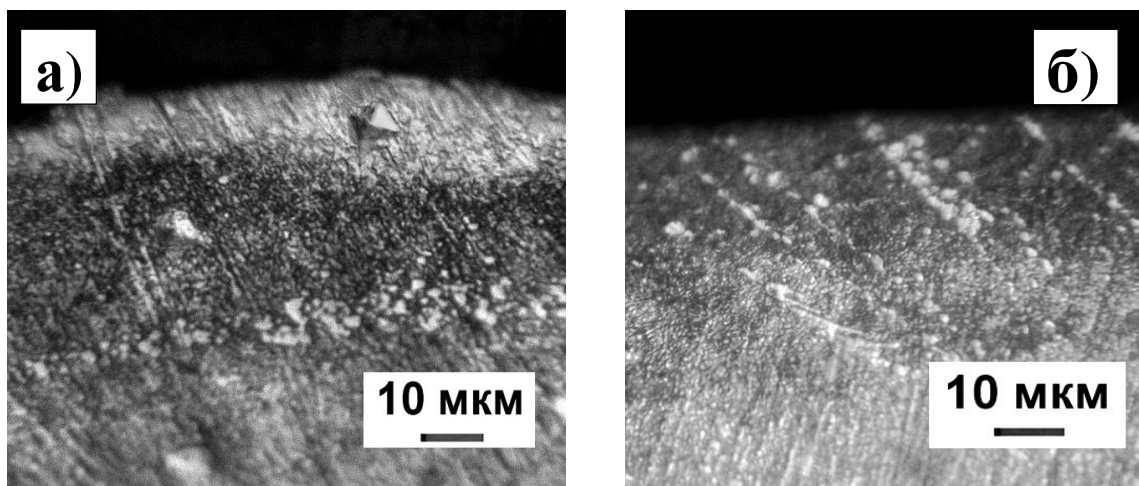
Данный вид инструмента применяется в качестве рабочего компонента труборезного комплекса серии «Файн» (рис.4.5.2) и является расходным материалом. Данные комплексы предназначены для работы в жестких климатических условиях на открытом воздухе при обслуживании и ремонте магистральных трубопроводов. В настоящее время инструмент для труборезных комплексов изготавливается из быстрорежущей стали Р6М5 с полным циклом термообработки до твердости HRC 64-66. Фрезы изготавливаются и поставляются потребителю без какой-либо модификации поверхности или защитного покрытия. До недавнего времени считалось, что преимущественное значение для эксплуатационных характеристик данного вида инструмента имеет геометрия, обеспечивающая за счет разветвлённой поверхности большой площади отвод тепла от режущей кромки. Стоимость одной фрезы на Российском рынке колеблется в диапазоне от 12 до 17 тысяч рублей. Средний рабочий ресурс одной фрезы составляет 4-5 часов. За это время рабочая режущая кромка стирается (изнашивается) примерно на 20 мкм. После того, как произошло притупление рабочей кромки в результате абразивного износа, производят замену фрезы на новую. Данный вид инструмента в России изготавливают несколько промышленных компаний, в частности в г. Томске – это ООО ПК «МИОН».



**Рис.4.5.2.** Установка немецкого производителя серии «FAIN» для торцевания и разделки стыков под сварку труб с диаметром от 250 до 3000 мм и толщиной стенки до 68 мм.

По заданию вышеуказанной компании были проведены исследования по возможности повышения твердости поверхности данного инструмента с целью увеличения его стойкости к абразивному износу в условиях загрязнения поверхности труб природными отложениями и больших вибраций подвижного трубрезного станка.

Задачу по упрочнению рассматриваемых изделий решали методом диффузионного насыщения в тлеющем разряде, поскольку применение различного рода покрытий для данного случая не приемлемо из-за вероятности отслоения. Азотирование фрез проводили с помощью тлеющего разряда в газовой среде  $75\%N_2+20\%Ar+5\%CH_4$  не содержащей аммиака именно по той схеме технологического процесса, особенности которого рассматриваются в данной работе. Основные параметры ионно-плазменной обработки были следующие: рабочее давление на стадии диффузии (насыщения)  $P=510$  Па; напряжение разряда  $U_k=450$  В; температура деталей  $T=520$  °С. Изменяли время изотермической выдержки, которое составляло 2 и 4 часа. Выбор этих значений по длительности азотирования был обоснован результатами металлографического анализа (рис. 4.5.3). Показано, что при длительности процесса 2 часа и менее на поверхности стали Р6М5 не успевает сформироваться белый не травящийся слой, состоящий исключительно из нитридных и карбонитридных фаз, имеющих максимальную твердость.



**Рис.4.5.3** Изображения поперечных шлифов в области режущей поверхности фрез, изготовленных из стали Р6М5 (снято при

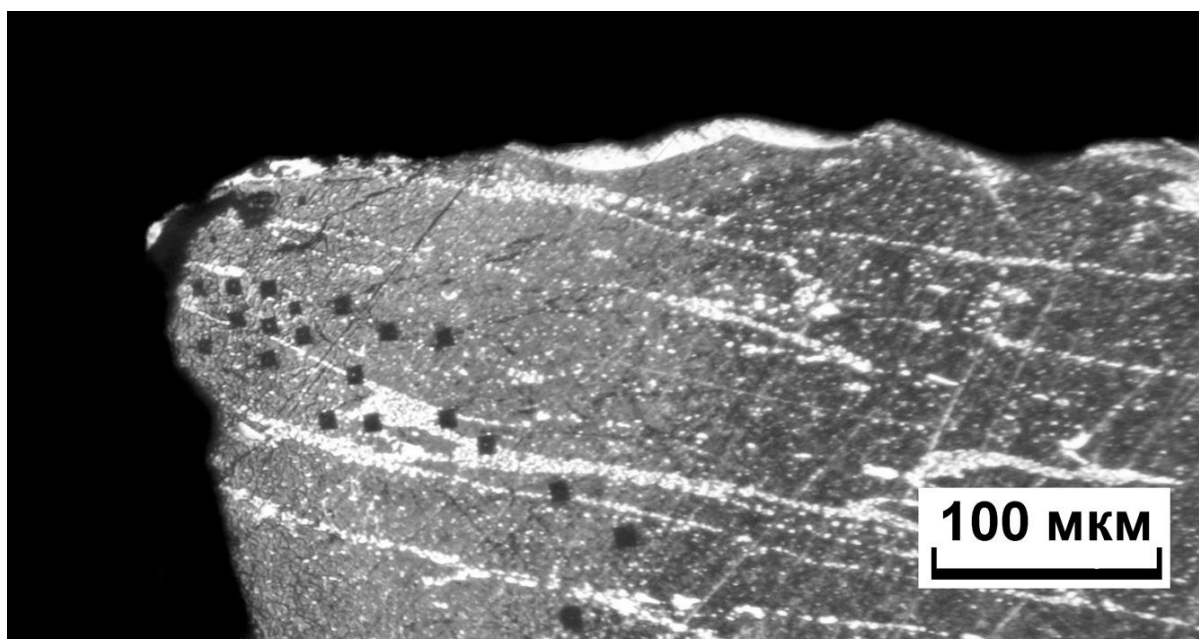
увеличении  $\times 620$ ):

а- после азотирования при  $T=520\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 4-х часов;;

б- после азотирования при  $T=520\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 2-х часов;.

При длительности процесса 4 часа нитридный слой присутствует. Таким образом, была предоставлена возможность экспериментального сопоставления свойств двух поверхностей, обладающих разными химическими и фазовыми составами.

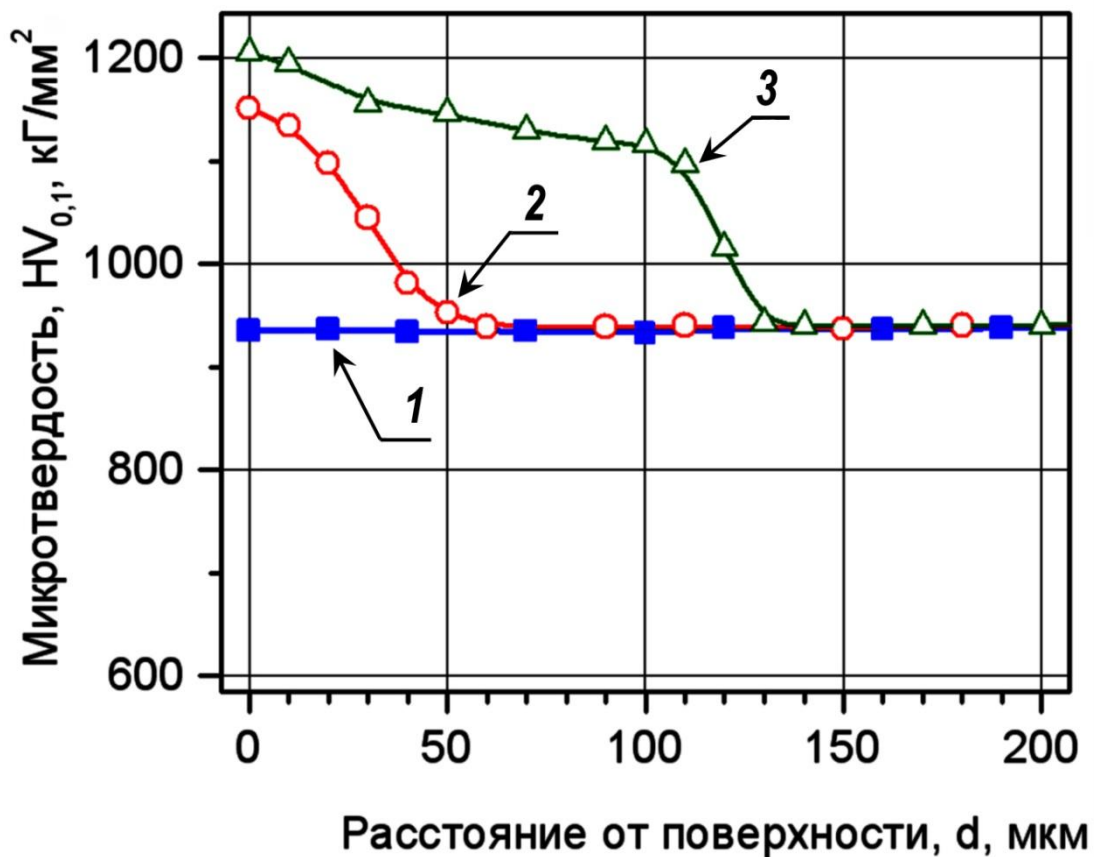
Для определения влияния режимов азотирования в тлеющем разряде газовой смеси азота, аргона и метана на характер упрочнения режущей кромки фрезы проводили измерения микротвердости от края поверхности в глубину на поперечном шлифе. Шлиф приготавливали из вырезанного фрагмента зуба инструмента (рис.4.5.4).



**Рис.4.5.4** Изображение поперечного сечения режущей части фрезы (зуба).

Результаты замеров микротвердости по глубине поверхностного слоя образцов после азотирования для двух различных по длительности временных интервалов при одинаковой температуре представлены на рис. 4.4.5. Средняя относительная погрешность измерений твердости по всей глубине исследуемого слоя не превышала 5%.

Как показали измерения твердости, протяженность упрочненного слоя после 2-х часов азотирования составила  $d \sim 40 - 50$  мкм. Такой глубины упрочнения вполне достаточно, поскольку глубина износа режущей кромки, при которой производят замену фрезы вследствие утраты ею работоспособности, составляет  $h \sim 20$  мкм. Максимальное значение твердости на поверхности в этом режиме достигает величины  $HV = 1160$  кг/мм<sup>2</sup>, что заметно выше твердости (HRC 64-66, или  $HV = 940-960$  кг/мм<sup>2</sup>) исходного материала до обработки.



**Рис.4.5.5** Распределение значений микротвердости по глубине от поверхности отрезных фрез, изготовленных из стали Р6М5 в зависимости от длительности химико-термической обработки в леющем разряде с применением в качестве рабочей среды газовой смеси состава 75%N<sub>2</sub>+20% Ar+5% CH<sub>4</sub>:

- 1.- исходный образец, фреза без ХТО (химико-термической обработки);
- 2.- после азотирования при T=520 °C в течение 2-х часов;
3. - после азотирования при T=520 °C в течение 4-х часов.

Результатом увеличения продолжительности азотирования в 2 раза до четырёх часов, стало значительное изменение протяженности упрочненного слоя до  $d \sim 120-130$  мкм. Твердость на поверхности также подросла до величины  $HV=1200$  кГ/мм<sup>2</sup>. Такие значения твердости характерны как раз для нитридных и карбонитридных фаз, что хорошо согласуется с результатами металлографического анализа структуры (рис. 4.4.3, а) для этого случая.

На первый взгляд казалось, что твердость на уровне  $HV=1200$  кГ/мм<sup>2</sup> должна обеспечить максимальную износостойкость и увеличить ресурс работоспособности фрез. Однако предварительные испытания, имитирующие реальные условия эксплуатации на экспериментальном стенде предприятия изготовителя фрез (ООО ПК«МИОН»), показали противоречивый результат. Фрезы, имеющие карбонитридные слои с максимальной твердостью и протяженные упрочнённые диффузионные слои, проработали во время испытаний не более 30 минут. Причем потеря работоспособности была связана не с износом режущей поверхности, а с выкрашиванием фрагментов режущих зубов. Напротив, фрезы без карбонитридного слоя с твердостью  $HV \sim 1100$  кГ/мм<sup>2</sup> и тонким упрочненным диффузионным слоем стабильно выдерживали испытания в течение 6-6,5 часов. В процессе испытаний преобладал механизм абразивного изнашивания без выкрашивания фрагментов фрезы. Разумеется, что продемонстрированный результат испытаний пока скромный. Однако, наметилась четкая тенденция в направлении решения задачи по повышению работоспособности отрезных фрез. На сегодняшний день установлено, что при проведении ионно-плазменной обработки в тлеющем разряде не допустимо формировать на поверхности рассматриваемого инструмента слоев, содержащих нитридные и карбонитридные фазы, обладающие высокой твердостью и, как следствие, повышенной хрупкостью.

## **Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение**

В современном машиностроительного производства находит широкое применение повышение эксплуатационных характеристик деталей из конструкционной стали за счет обработки поверхности. Такие методы как ионно-плазменное азотирование в тлеющем разряде позволяют за счет поверхностного упрочнения повышается надежность и увеличивается срок службы деталей, работающих в самых различных условиях.

При упрочнении поверхности без образования покрытия требуемые свойства модифицированной поверхности получают за счет изменения структуры, фазового состояния и химического состава поверхностного слоя деталей. Многолетний опыт показал, что практически нет каких-либо ограничений при выборе дополнительных элементов, вводимых в поверхностный слой (ХТО, диффузионная металлизация, ионно-плазменное азотирование). Это позволяет либо проводить целенаправленное легирование материала поверхностного слоя, либо формировать в поверхностном слое структурное изменение материала (вводить дефекты кристаллической решетки, обеспечивать выделение второй фазы в т.ч. карбиды, нитриды и т.д.).

Данная исследовательская работа является пилотной, но полученные результаты позволяют говорить о применении в промышленности данного метода упрочнения поверхностей конструкционных материалов. Потенциальными потребителями данной технологии являются машиностроительные предприятия, в частности инструментальные заводы, занимающиеся производством режущего инструмента, а также заводы занимающиеся производством различных деталей для триботехнических систем, работающих в условиях увеличенных нагрузок, температур, агрессивных сред.



## **5.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения**

Изменение свойств поверхности в желаемом направлении в зависимости нужных параметров. В моей исследовательской работе предлагается перейти из традиционного метода азотирования который уже существует и широко применяется на производствах, перейти на метод азотирования в тлеющем разряде на смеси трех газов такие как (азот, аргон и метан)

В настоящее время ХТО является актуальной проблемой в современном машиностроении. Предлагаемая нами технология по упрочнению поверхности конструкционных материалов оптимизированным методом для насыщения поверхностный слой металлов в плазме тлеющего разряда, с помощью насыщения поверхностный слой применением смеси трех газов. Надеюсь что этот способ позволит намного эффективней решать проблему упрочнения, в сравнении с традиционными методами.

Технология оптимизированной обработки в плазме тлеющего разряда дает преимущества по следующим параметрам:

- простота и высокая производительность процесса при низких трудозатратных и ресурсоемкости;
- экологическая безамастность процесса и улучшение условий производства;
- оптимизация энерго экономических параметров процессов.

Таблица 5.1 Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
1	2	4	5	7	8
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>					
1. Повышение производительности труда пользователя	0,2	4	3	0,8	0,6
2. Простота процесса технологии при насыщении	0,15	4	3	0,4	0,3
3. Энергоэкономичность	0,05	3	2	0,15	0,1
4. Надежность	0,05	4	4	0,2	0,15
5. Экологичность технологии и материала	0,1	3	3	0,3	0,3
6. Широкая области применения	0,15	4	3	0,4	0,3
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>					
9. Низкая стоимость	0,15	3	3	0,45	0,45
10. Финансирование научной разработки	0,05	4	4	0,2	0,2
<b>Итого</b>	<b>1</b>	<b>37</b>	<b>33</b>	<b>3,65</b>	<b>3,25</b>

К1 – метод аптимизированного азотирования насыщения поверхности слоев металлов с применением смеси трех газов.

К2 – традиционные методы азотирования

## 5.2 SWOT-анализ

Одним из эффективных средств сокращения расходов металлов при сокращении высокого уровня производительности металлообработки является применение азотированных деталей и механизмов для увеличения срока службы.

В настоящей работе рассмотрены экспериментальные исследование процесса азотирования стальных деталей машиностроения в плазме тлеющего разряда при замене традиционного аммиака на смесь газов состоящий из азота, аргона и метана.

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта.

Таблица 5.2. –Матрица SWOT

	<p><b>Сильные стороны научно исследовательского проекта:</b></p> <p>С1. Большой объем выполнения работы за короткий срок.</p> <p>С2. Высокая производительность.</p> <p>С3. Снижение затрат на электроэнергию</p> <p>С4. Увеличение срока службы деталей и механизмов</p> <p>С5. Актуальность темы.</p>	<p><b>Слабые стороны научно исследовательского проекта:</b></p> <p>Сл1. Не завершенная аптимизация технологии.</p> <p>Сл2. Пока что отсутствие автоматизированных процессов.</p> <p>Сл3. Не доделанные доработки при подачи газов.</p>
--	---	--

<p><b>Возможности:</b>  В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ и ИСЭ СО РАН  В2. В связи с постоянным интересом к процессу упрочнения поверхности конструкционных сталей – высокая вероятность получить бюджетное финансирование.  В3. Возможность использования широкомасштабного применения технологии в производстве  В4. Участие в грантах  В5. Использование консультаций специалистов.</p>	<p>С1В2 – вероятность расширения кол-ва поставщиков(снижение себестоимости изделия)  С1В3 - упрощение внедрения технологии в производство за счет применения смеси трех газов  С1В4 – упрощение технологического процесса упрочнения поверхности за счет минимального расхода времени.</p>	<p>В1Сл4 –этот метод позволит на ранних стадиях исследование, выявить и предотвратить появление брака.  В1 Сл5 – этот метод позволяет уменьшить расходы на электроэнергию.</p>
--	--	--

<p><b>Угрозы:</b>  У1. Вероятность появления более выгодных предложений на рынке, так как в данном направлении ведется большое количество исследований.  У2. Задержка финансирования проекта.</p>	<p>С1У1-возможность создания более модифицированного и качественного конкурентоспособного оборудования.</p>	
---	---	--

### 5.3 Инициация проекта

Таблица 5.3. Заинтересованные стороны проекта

<b>Заинтересованные стороны проекта</b>	<b>Ожидания заинтересованных сторон</b>
Машиностроительные предприятия	Гарантирование повышения упрочненных слоев в сфере машиностроения за короткое время.
Инструментальные заводы	Возможность получения упрочненных слоев с повышенной прочностью.
Научно-исследовательские институты	Получение данных о свойствах и структуре упрочненных деталей в процессе азотирования.

Таблица 5.4 Цели и результат проекта

<b>Цели проекта:</b>	Исследование процесса азотирования стальных деталей машиностроения в плазме тлеющего разряда при замене традиционного аммиака на смесь газов состоящий из азота, аргона и метана.
<b>Ожидаемые результаты проекта:</b>	Сопоставить параметры режимов ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде в зависимости от состава рабочей среды. Возможность отказаться от традиционного метода азотирования и перейти на более оптимизированный метод азотирования с применением смеси трех газов.
<b>Критерии приемки результата проекта:</b>	Законченная научно-исследовательская работа, авторы которой имеют список публикаций и участие на международных конференциях.
<b>Требования к результату проекта:</b>	<b>Требования:</b> 1. Результат проекта должен иметь актуальное теоретическое и практическое значение 2. Наглядные иллюстрации (графики и диаграммы) 3. Выполнения проекта в срок

#### 5.4. Организационная структура проекта

Таблица 5.5 Рабочая группа проекта

п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудовые затраты, дни
	<b>Гончаренко И.М.</b> доцент к.т.н. Место работы: Национальный исследовательский Томский политехнический университет, доцент	Руководитель проекта	Отвечает за реализацию проекта, полученных в ходе проекта, редактирование и издание статей, патентов.	62
	<b>Мусаев Ш.М.</b> магистрант, Национальный исследовательский Томский политехнический	Исполнитель по проекту	Отвечает за выполнение научно-исследовательских работ, получение и обработку результатов, поиск литературных	600

	университет		данных о схожих разработках ученых по всему миру, написание статей и магистерской диссертации по итогам работы.	
<b>ИТОГО:</b>				<b>662</b>

### Ограничения и допущения проекта

Таблица 5.6 Ограничения проекта

<b>Фактор</b>	<b>Ограничения/ допущения</b>
3.1. Бюджет проекта	Отсутствует
3.1.1. Источник финансирования	ИФПМ СО РАН
3.2. Сроки проекта:	
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	01.09.2015
3.2.2. Дата завершения проекта	16.06.2017

## Бюджет научного проекта

Таблица 5.7 Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Азот газообразный высокой чистоты марка 6.0	ТУ 2114-009-45905715-2011 баллон, емк. 1-12 л.	3	1200	3600
Жидкий аммиак первого сорта	«А» ГОСТ 6221-90. Баллон емкость 40л	1	1500	1500
Аргон газообразный высшего сорта	ГОСТ 10157-79 40 л. (6,2 м3)	2	840	1680
Метан газообразный	<b>ГОСТ 949-73 «5.5» баллон емкость 40л</b>	2	600	1200
Наждачная бумага	ЭМ14А20Н СФК	7 м <sup>2</sup>	329	2303
	ЭМ14А6Н СФК	7 м <sup>2</sup>	235	1645
	ЭМ14А Р600 СФК	7 м <sup>2</sup>	200	1400
	ЭМ14А Р2000 СФК	7 м <sup>2</sup>	90	630
Алмазная паста	АСМ 28/20	7 шт	250	1750
	АСМ 1/0	7 шт	120	840
<b>Всего за материалы</b>				<b>16548</b>
Транспортно-заготовительные расходы				2000
<b>Итого по статье С<sub>м</sub></b>				<b>18548</b>

$H_a = (1/T) \cdot 100\%$  – норма амортизации

$A = (S/365) \cdot H_a \cdot t$  – сумма амортизационных отчислений



Таблица 5.8– Амортизационные отчисления

Наименование оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Срок службы, Т, дни	Время эксплуатации, t, дни	Н <sub>а</sub> норма амортизации	Амортизационные отчисления, руб.
Установка для азотирования в тлеющим разряде «ШВ-9.18/6ИЗ»	4000000	6570	10	0,015	1643
ДРОН-7	400000	3650	4	0,1	712
Микротвердомер ПМТ-3	250000	5475	7	0,018	86
Шлифовально-полировальный станок Saphir 520	500000	3650	20	0,1	2739
Компьютер	30000	2190	60	0,045	16
<b>ИТОГО</b>					<b>5555</b>

Таблица 5.9 Баланс рабочего времени

<b>Показатели рабочего времени</b>	<b>Руководитель</b>	<b>Исполнитель</b>
Календарное число дней	66	593
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	18	168
- праздничные дни	0	24
Потери рабочего времени		
- отпуск	0	28
- невыходы по болезни	0	10
Действительный общий фонд рабочего времени	48	363
Действительный годовой фонд рабочего времени	24	182

Заработная плата рабочим рассчитана по тарифным ставкам и отработанному времени. Расчет заработной платы персоналу сведен в таблицу

Таблица 5.10 Расчёт заработной платы

Исполнители	Количество	Зарплата, руб./мес.	Количество отработанных дней	Всего з.п., руб	Дополнительная з.п	Отчисления на социальные нужды
<i>Руководитель</i>	1	25000	60	75000	9000	25200
<i>Исполнитель</i>	1	9000	593	242590	29110,8	81515
<b>Итого:</b>				<b>317590</b>	<b>38110,8</b>	<b>106715</b>

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 12% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}}$$

#### **Отчисления на социальные нужды**

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}),$$

где  $k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Отчисления на социальные нужды составляет 27,1 %

## 5.5 Затраты на электроэнергию

Тариф на электроэнергию – 4,36 руб/(кВт·ч).

Таблица 5.11 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Мощность, кВт	Время эксплуатации, час	Расход электроэнергии, руб.
Установка для азотирования в тлеющем разряде «ШВ-9.18/6ИЗ»	10	220	9592
Фарвакуумный насос для создания факума	3,5	260	3967,6
ДРОН-7	5,5	32	767
Микротвердомер ПМТ-3	0,02	56	5
Шлифовально-полировальный станок Saphir 520	1,6	160	1116
Компьютер	0,35	240	366
<b>ИТОГО</b>			<b>15813,6</b>

## Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение 30,22 руб/м<sup>3</sup>. Примерный расход воды за время исследований составляет 270 м<sup>3</sup>. Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет 8159,4 руб.

## Полная смета затрат на выполнение НИР

Таблица 5.12 Полная смета затрат

Статьи	Затраты, руб
Основные и вспомогательные материалы	18548
Амортизационные отчисления	5555
Заработная плата	317590
Дополнительная заработная плата	38110,8
Отчисления на социальные нужды	106715
Затраты на электроэнергию	15813,6
Затраты на водоотведение	8159,4
<b>Итого</b>	<b>510491,8</b>

**Выводы:** по результатам SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта. Таким образом, основываясь на определении ресурсосберегающей, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования, проведя необходимый сравнительный анализ, можно сделать вывод о превосходстве выполненной разработки над аналогами.

## ГЛАВА 6. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

### Введение

В данном разделе рассматриваются вопросы по охране труда и окружающей среды, а также обеспечения безопасности в чрезвычайных ситуациях, в процессе выполнения научно-исследовательской работы, которая проводилась на базе Института сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН), в лаборатории плазменной эмиссионной электроники (ЛПЭЭ).

В рамках научно-исследовательской работы, выполнялись исследования результатов комбинированного упрочнения поверхности конструкционных материалов, для этого использовалось следующее оборудование:

1 Установка стандартная промышленная электропечь ШВ-9,18/6ИЗ объемом рабочей камеры 0,5 м<sup>3</sup>. Данное оборудование предназначено для диффузионного насыщения азотом (ионного-азотирования) поверхностных слоев в «тлеющем разряде» различных деталей в машиностроительных отраслях. Данная установка представляет собой комплекс сложного оборудования, в который помимо рабочей камеры входят, вакуумная система, которая обеспечивает создание в рабочей камере необходимого рабочего давления. Система состоит из клапана с электромагнитным приводом, напускного регулируемого клапана (автоматического натекателя) и электронного блока управления. Электрическая часть служит для электроснабжения установки и управления технологическим процессом. Электроснабжение производится от трехфазной сети напряжением 380 В, цепи управления питаются напряжением 220 В и частотой 50 Гц. Высоковольтный источник питания, включающий в себя тиристорный преобразователь напряжения, высоковольтный трансформатор и выпрямитель, обеспечивает регулирование напряжения в пределах от 100 до 1500 В. Источник опорного напряжения, включающий в себя тиристорный преобразователь (общий с высоковольтным источником),

трансформатор и выпрямитель, обеспечивает регулирование напряжения от 20 до 280 В; 100

2. Шлифовально-полировальный станок, для подготовки образцов перед обработкой и подготовки поперечных шлифов для исследования;

3. Микротвердомер ПМТ-3М, для исследования эволюции прочности поверхности стальных подложек в зависимости от режима комбинированной обработки;

4. Световой металлографический микроскоп ММР-4, предназначенный для наблюдения и фотографирования микроструктуры исследуемых объектов.

Проведение исследований включает в себя работу непосредственно с вакуумной установкой, включающую в себя необходимую профилактику, настройку оборудования и контроль в процессе работы установки. А также работу по подготовки образцов и их исследованию с помощью приведенного выше оборудования.

## **6.1. Техногенная безопасность**

### **6.1.1 Анализ вредных факторов производственной среды**

При выполнении исследовательской работы существует вероятность воздействия следующих производственных факторов: шума, вибраций, электромагнитного излучения, недостаточной освещенности, физические и эмоциональные перегрузки, умственное перенапряжение.

Все опасные и вредные производственные факторы приведены в соответствии с ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ.

### **6.1.2 Метеоусловия**

От микроклимата на рабочем месте зависит состояние здоровья человека и его работоспособность. Не имея возможности эффективно влиять на протекающие в атмосфере климатообразующие процессы, люди

располагают качественными системами управления факторами воздушной среды внутри производственных помещений.

Микроклимат производственных помещений — это климат внутренней среды данных помещений, который определяется совместно действующими на организм человека температурой, относительной 101 влажностью и скоростью движения воздуха, а также температурой окружающих поверхностей (ГОСТ 12.1.005 "Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны").

Факторы, влияющие на микроклимат, можно разделить на две группы: нерегулируемые (комплекс климатообразующих факторов данной местности) и регулируемые (особенности и качество строительства зданий и сооружений, интенсивность теплового излучения от нагревательных приборов, кратность воздухообмена, количество людей и животных в помещении и др.)

Длительное воздействие на человека неблагоприятных условий резко ухудшает его самочувствие, снижается производительность труда, и приводит к заболеванию.

1) воздействие высокой температуры быстро утомляет, может привести к перегреву организма, тепловому удару или профессиональным заболеваниям.

2) низкая температура – местное или общее охлаждение организма, причина простудных заболеваний или обморожения.

3) высокая относительная влажность при высокой температуре способствует перегреву организма; при низкой усиливает теплоотдачу с поверхности кожи, что ведет к переохлаждению.

4) низкая влажность вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей.

Проект относится к работе средней тяжести (категория Пб), микроклиматические условия на рабочих местах должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 6.1.1:

Таблица 6.1.1 Допустимые параметры микроклимата на рабочем месте (СанПиН 2.2.4.548-96)

Период года	Категория работы	Температура, °С	Относительная влажность, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	средняя	19 – 24	15 - 75	$\leq 0.1$
Теплый	средняя	20 - 28	15 - 75	$\leq 0.2$

При обеспечении допустимых показателей микроклимата температура внутренних поверхностей конструкции, ограждающих рабочую зону (стен, потолка, пола) не должна превышать предел допустимых величин температуры воздуха.

В холодный период года следует применять средства защиты рабочего места от радиационного охлаждения от остекленных поверхностей оконных проемов, в теплый период от попадания прямых солнечных лучей.

Температура в рабочей зоне поддерживается отоплением в холодный период и вентиляцией в теплый период.

Одними из основных мероприятий по оптимизации микроклимата и состава воздуха в производственных помещениях являются обеспечение надлежащего воздухообмена и отопления, тепловая изоляция нагретых поверхностей оборудования, воздухопроводов и гидротрубопроводов.



### 6.1.3 Вредные вещества

Вредными являются вещества, которые при контакте с организмом могут вызвать производственные травмы, профессиональные заболевания или отклонения в состоянии здоровья, как в процессе работы, так и в отдалённые сроки жизни настоящего и последующего поколений.

При выполнении работы по упрочнению поверхности образцов, в лаборатории используется газы: аргон и азот. Азот и аргон – газы без цвета и запаха (Таблица 6.1.3).

Таблица 6.1.3 Перечень веществ используемых при работе [ГОСТ 12.1.007-76]

Рабочий газ	ПДК р.з. мг/м <sup>3</sup>	Класс опасности	Агрегатное состояние
Ar	2,4	2	газ
N	2 2	2	газ
CH <sub>4</sub>	7000	4	газ
NH <sub>3</sub>	20	4	газ

Аргон и азот – физиологически инертные, нетоксичные газы. Замещая кислород в воздухе, и вытесняя собой кислород из организма, они воздействуют на человека как удушающие агенты (асфиксанта) по причине снижения парциального давления кислорода.

При медленном снижении содержания кислорода в атмосфере до непродолжительно переносимого организмом уровня (5-7%) обнаруживаются симптомы:

- Учащение дыхания и пульса, ритм дыхания может быть волнообразным (периоды учащения дыхания сменяются периодами замедления).
- Потеря равновесия, головокружение, возможна эйфория.
- Чувство тяжести или сдавливания в лобной части головы.

- Чувство жара во всем теле.
- Чувство покалывания в языке, кончиках пальцев рук и ног.
- Изменение восприятия окружающей обстановки и угнетение функции органов чувств, особенно осязания.
- Возможны «провалы» памяти и потеря сознания.

Симптомы могут появляться в зависимости от индивидуальной предрасположенности человека к действию гипоксии.

При резком снижении содержания кислорода в атмосфере и, особенно при случайном попадании человека в среду азота или аргона достаточно нескольких вдохов для снижения парциального давления кислорода в крови до критического уровня – наступает потеря сознания, практически всегда внезапно. Разницы в воздействии на человека аргона или азота при полном вытеснении ими из атмосферы кислорода не существует.

#### **6.1.4 Производственный шум**

Шум – всякий нежелательный для человека звук. Звуковые волны возбуждают колебания частиц звуковой среды, в результате чего изменяется атмосферное давление. Шум, который возникает при работе оборудования и превышающий допустимые нормативные значения, воздействует на человека на вегетативную и центральную нервную систему и органы слуха.

Основными источниками шума при выполнении исследовательской работы в помещении являются вакуумная ионно-плазменная установка. Шум в лаборатории не должно превышать 80 дБА. Уровень шума установлен в ГОСТ 12.1.003-83 и СанПиН 2.2.4/2.1.8.10-32-2002. Максимальный уровень звука постоянного шума на рабочих местах не должно превышать 80 дБА. Уровень шума на рабочем месте инженеров, работающих с

компьютером не должен превышать 50дБА, а в залах обработки информации на вычислительных машинах - 65дБА (ГОСТ 12.1.003-83).

Действие шума на человека зависит от уровня и характера шума, его продолжительности, а также от индивидуальных особенностей человека

Во время действия шума, превышающего 85...90 Гц, чувствительность слуха снижается. Происходит временное понижение порога слышимости (ВПП), которое исчезает после окончания воздействия шума. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма. Действие шума на организм человека не ограничивается воздействием на орган слуха. Патологические изменения, возникшие под влиянием шума, рассматриваются как шумовая болезнь. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма.

Мероприятия по защите от шума выполняют с помощью применения средств и методов коллективной защиты, разработкой шумобезопасной техники, а также средств индивидуальной защиты. Защита от шума акустическими средствами предполагает звукоизоляцию (устройство звукоизолирующих кабин, кожухов, ограждений, установку акустических экранов); звукопоглощение (применение звукопоглощающих облицовок, штучных поглотителей); глушители шума (абсорбционные, реактивные, комбинированные).

Если невозможно уменьшить шум, действующий на работников, до допустимых уровней, то необходимо использовать средства индивидуальной защиты (СИЗ) - противошумные вкладыши из ультратонкого волокна "Беруши" одноразового использования, а также противошумные вкладыши многократного использования (эбонитовые, резиновые, из пенопласта) в форме конуса, грибка, лепестка. Они эффективны для снижения шума на средних и высоких частотах на 10–15 дБА. Наушники снижают уровень звукового давления на 7–38 дБ в диапазоне

частот 125–8 000 Гц. Для предохранения от воздействия шума с общим уровнем 120 дБ и выше рекомендуется применять шлемофоны, оголовья, каски, которые снижают уровень звукового давления на 30–40 дБ в диапазоне частот 125–8 000 Гц.

### 6.1.5 Расчет уровня шума

Одним из неблагоприятных факторов производственной среды в ИВЦ является высокий уровень шума, создаваемый печатными устройствами, оборудованием для кондиционирования воздуха, вентиляторами систем охлаждения в самих ЭВМ.

Для решения вопросов о необходимости и целесообразности снижения шума необходимо знать уровни шума на рабочем месте оператора.

Уровень шума, возникающий от нескольких некогерентных источников, работающих одновременно, подсчитывается на основании принципа энергетического суммирования излучений отдельных источников:

$$L_{\Sigma} = 101g \sum_{j=1}^{j=n} 0^{0.1L}$$

где  $L_i$  – уровень звукового давления  $i$ -го источника шума;  $n$  – количество источников шума.

Полученные результаты расчета сравниваются с допустимым значением уровня шума для данного рабочего места. Если результаты расчета выше допустимого значения уровня шума, то необходимы специальные меры по снижению шума. К ним относятся: облицовка стен и потолка зала звукопоглощающими материалами, снижение шума в источнике, правильная планировка оборудования и рациональная организация рабочего места оператора.

Уровни звукового давления источников шума, действующих на оператора на его рабочем месте, представлены в таблице 1.1.4.

Таблица 6.1.5 Уровни звукового давления различных источников

Источник шума	Уровень шума, дБ
Жесткий диск	40
Вентилятор	45
Монитор	17
Клавиатура	10
Принтер	45
Сканер	42

Обычно рабочее место оператора оснащено следующим оборудованием: винчестер в системном блоке, вентилятор(ы) систем охлаждения ПК, монитор, клавиатура, принтер и сканер.

Подставив значения уровня звукового давления для каждого вида оборудования в формулу (6.1.4), получим:

$$L_{\Sigma} = 10 \cdot \lg (10^4 + 10^{4.5} + 10^{1.7} + 10^1 + 10^{4.5} + 10^{4.2}) = 49,5 \text{ дБ}$$

Полученное значение не превышает допустимый уровень шума для рабочего места оператора, равный 65 дБ (ГОСТ 12.1.003-83). И если учесть, что вряд ли такие периферийные устройства как сканер и принтер будут использоваться одновременно, то эта цифра будет еще ниже. Кроме того, при работе принтера непосредственное присутствие оператора необязательно, т.к. принтер снабжен механизмом автоподачи листов.

## 6.2. Освещенность

Согласно СНиП 23-05-95 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 150 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное

психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Для защиты от слепящей яркости видимого излучения (факел плазмы в камере с катализатором) применяют защитные очки, щитки, шлемы. Очки на должны ограничивать поле зрения, должны быть легкими, не раздражать кожу, хорошо прилегать к лицу и не покрываться влагой.

Расчёт общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отражённый от потолка и стен. Длина помещения  $A = 8$  м, ширина  $B = 6$  м, высота = 3,5 м. Высота рабочей поверхности над полом  $h_p = 1,0$  м. Согласно СНиП 23-05-95 необходимо создать освещенность не ниже 200 лк, в соответствии с разрядом зрительной работы.

Площадь помещения:

$$S = A \times B,$$

где  $A$  – длина, м;

$B$  – ширина, м.

$$S = 8 \times 6 = 48 \text{ м}^2$$

Коэффициент отражения свежепобеленных стен с окнами, без штор  $p_c = 50\%$  свежепобеленного потолка  $p_n = 70\%$ . Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым

выделением пыли равен  $K_3 = 1,5$ . Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп  $Z = 1,1$ .

Выбираем лампу дневного света ЛД-40, световой поток которой равен  $\Phi_{ЛД} = 2600$  Лм. Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОДОР-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1227 мм, ширина – 265 мм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина  $\lambda$ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем  $\lambda = 1,1$  расстояние светильников от перекрытия (свес)  $h_c = 0,5$  м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_p,$$

где  $h_n$  – высота светильника над полом, высота подвеса,  $h_p$  – высота рабочей поверхности над полом. Наименьшая допустимая высота подвеса над полом для двухламповых светильников ОДОР:  $h_n = 3,5$  м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = H - h_p - h_c = 3,5 - 1 - 0,5 = 2,0 \text{ м}$$

Расстояние между соседними светильниками или рядами определяется по формуле:

$$L = \lambda * h = 1,1 * 2 = 2,2 \text{ м}$$

Число рядов светильников в помещении:

$$Nb = \frac{B}{L} = \frac{6}{2,2} = 2,72 \sim 3$$

Число светильников в ряду:

$$N_a = \frac{A}{L} = \frac{8}{2.2} = 4$$

Общее число светильников:

$$N = N_a * N_b = 3 * 4 = 12$$

Расстояние от крайних светильников или рядов до стены определяется по формуле:

$$l = \frac{L}{3} = \frac{2.2}{3} = 0.7 \text{ м}$$

Размещаем светильники в два ряда. На рисунке изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

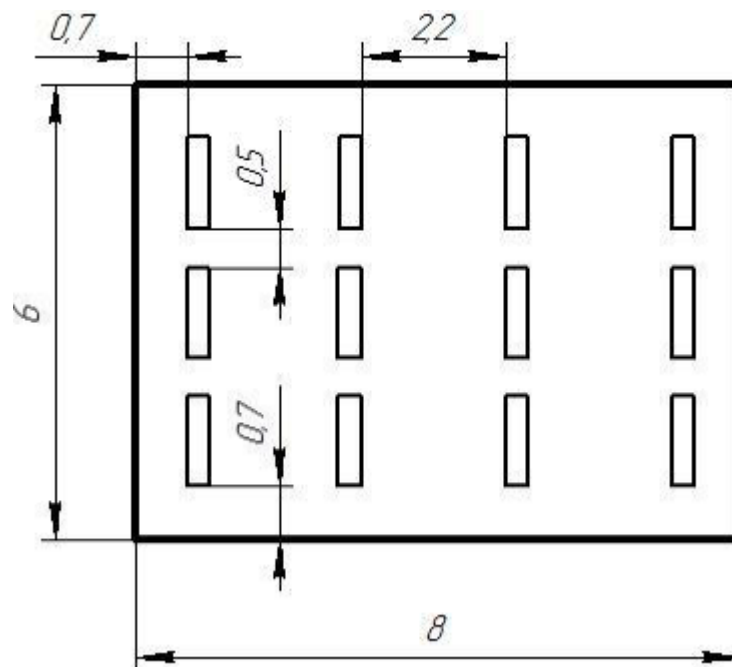


Рисунок 6.2 План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами

Индекс помещения определяется по формуле:

$$i = \frac{A * B}{h * (A + B)} = \frac{8 * 6}{2.0 * (8 + 6)} = 1.714$$

Коэффициент использования светового потока, показывающий какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность, для



светильников типа ОДОР с люминесцентными лампами при  $p_n = 70\%$ ,  $p_c = 50\%$  и индексе помещения  $i = 1,6$  равен  $\eta = 0,47$ .

Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{\Pi} = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{150 \cdot 8 \cdot 6 \cdot 1.5 \cdot 1.1}{24 \cdot 0.47} = 2106.38 \text{ лм}$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{\text{ЛД}}} * 100\% \leq 20\%;$$

$$\frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{\text{ЛД}}} * 100\% = \frac{2600 - 2106,38}{2600} * 100\% = 18,9\%$$

Таким образом:  $-10\% \leq 18,9\% \leq$  ,необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

### **6.3 Анализ опасных факторов производственной среды**

#### **6.3.1 Факторы электрической природы**

Корпус электродвигателя или трансформатора, арматура электрического светильника или трубы электропроводки не находятся под напряжением относительно земли благодаря изоляции от токоведущих частей. Однако в случае повреждения изоляции любая из этих частей может оказаться под напряжением, нередко равным фазному. Электродвигатель с пробитой на корпус изоляцией обычно соединен с машиной, которую он приводит в движение.

Поражение электрическим током возникает при соприкосновении с электрической цепью, в которой присутствуют источники напряжения или источники тока, способные вызвать протекание тока по попавшей под напряжение части тела. Обычно чувствительным для человека является пропускание тока силой более 1 мА. Кроме того, на установках высокого напряжения возможен удар электрическим током без

прикосновения к токоведущим элементам, в результате утечки тока или пробоя воздушного промежутка. Сила поражения зависит от мощности разряда, от времени воздействия, от характера тока (постоянный или переменный), от состояния человека — влажности рук и т. п., а также от места соприкосновения и пути прохождения тока по организму.

Последствия поражением электрически током:

- Из-за высокого электрического сопротивления человеческих тканей происходит довольно быстрое их нагревание, что может вызывать ожоги.

- Даже сравнительно малые напряжения, порядка 110—230 В, при кратковременном контакте с грудной клеткой могут вызывать сбой в работе сердечной мышцы (60 мА для переменного тока, 300—500 мА для постоянного). Удар током также используется для восстановления работы сердца, таким образом устраняя эффект фибрилляции. Такой прибор называется дефибриллятором.

- Удар током может вызвать сбой в работе нервной системы, например, беспорядочные сокращения мышц. Повторяющиеся удары могут вызвать невропатию. Острая электротравма может стать причиной нарастающей асистолии.

- При поражении головы электрическим током возможна потеря сознания.

Основными мерами защиты от поражения током являются: обеспечение недоступности токоведущих частей, находящихся под напряжением, для случайного прикосновения; защитное разделение сети; устранение опасности поражения при появлении напряжения на корпусах, кожухах и других частях электрооборудования, что достигается применением малых напряжений, применением двойной изоляции, выравниванием потенциала, защитным заземлением, занулением, защитным отключением и др.; применение специальных защитных средств -

переносных приборов и приспособлений; организация безопасной эксплуатации электроустановок.

Окружающая среда (влажность и температура воздуха, наличие заземленных металлических конструкций и полов, токопроводящей пыли и др.) оказывает дополнительное влияние на условия электробезопасности. Степень поражения электрическим током во многом зависит от плотности и площади контакта человека с токоведущими частями.

### **6.3.2 Электробезопасность**

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и статистического электричества.

Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (помещения особо опасные).

В отношении опасности поражения людей электрическим током различают:

1. Помещения без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность.

2. Помещения с повышенной опасностью, которые характеризуются наличием в них одного из следующих условий, создающих повышенную опасность: сырость, токопроводящая пыль, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.), высокая температура, возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей металлоконструкциям, технологическим аппаратам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой.

3. Особо опасные помещения, которые характеризуются наличием оборудования свыше 1000 В и одного из следующих условий, создающих особую опасность: особой сырости, химически активной или органической среды, одновременно двух или более условий повышенной опасности. Территории размещения наружных электроустановок в отношении опасности поражения людей электрическим током приравниваются к особо опасным помещениям.

По условиям электробезопасности установки, используемые при выполнении работы, относятся к категории установок, работающих с напряжением до 1000В. Устройства относятся к 1 классу, так как прибор имеет только рабочую изоляцию, но при этом имеет контакт для присоединения защитного провода.

Безопасность эксплуатации при нормальном режиме работы установок обеспечивается следующими защитными мерами:

1. применение изоляции;
2. недоступность токоведущих частей;
3. применение малых напряжений;
4. изоляция электрических частей от земли.

Рабочее помещение относится ко второй категории по степени опасности поражения электрическим током – помещения с повышенной опасностью, поскольку в помещении находится сырые с относительной влажностью воздуха более 75%; жаркие с температурой воздуха, длительно превышающей +30°C; с полами из токопроводящих материалов; с большим количеством выделяющейся токопроводящей технологической пыли, оседающей на проводах и проникающей внутрь электроустановок; с размещением электроустановок с металлическими корпусами, имеющих соединение с землей, металлоконструкций зданий и технологического

оборудования, допускающих одновременное соприкосновение с ними. Безопасные номиналы  $I \leq 0.1 \text{ A}$ ,  $U \leq 36 \text{ В}$ ,  $R_{\text{заземления}} \leq 4 \text{ Ом}$ .

Соответственно, к работе допускается персонал с категорией электробезопасности II и выше - электротехнологический персонал, у которого в управляемом им технологическом процессе основной составляющей является электрическая энергия (например, электросварка, электродуговые печи, электролиз и т.д.), использующий в работе ручные электрические машины, переносной электроинструмент и светильники, и другие работники, для которых должностной инструкцией или инструкцией по охране труда установлено знание правил безопасности при эксплуатации электроустановок.

Дополнительные электрозащитные средства в электроустановках.

К дополнительным изолирующим электрозащитным средствам относятся диэлектрические перчатки, боты, резиновые коврики и дорожки, изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

Освобождение пострадавшего от действия тока напряжением свыше 1000 В может быть произведено только одним способом. Это отключение соответствующей части электрической установки специально обученными людьми. Пострадавшему следует оказать посильную доврачебную помощь.

### **6.3.3 Давление**

Баллоны - закрытые металлические сосуды (стандартные и нестандартные) для хранения, транспортировки сжатых, сжиженных или растворенных газов. Они изготавливаются из бесшовных труб (углеродистая или легированная сталь).

Объекты котлонадзора - это паровые и водогрейные котлы, сосуды, работающие под давлением, и трубопроводы пара и горячей воды.

Перечисленное оборудование и трубопроводы представляют собой объекты повышенной опасности, разрушение которых в эксплуатации может вызвать большой материальный ущерб, а также другие тяжелые последствия.

В лаборатории используются сосуды и аппараты, работающие под давлением. Они являются источником повышенной опасности для окружающих. Основная опасность заключается в том, что в случае разрушения такого сосуда или аппарата может произойти значительное высвобождение энергии вследствие адиабатического расширения газа или пара, - так называемый физический взрыв. Так, мощность взрыва (разрыва) сосуда вместимостью 1 м<sup>3</sup>, в которой находится воздух под давлением 1 МПа (10 кгс/см<sup>2</sup>), составляет 13 МВт. Если в сосуде при тех же условиях находится водяной пар, то мощность взрыва уже будет около 200 МВт[43]. В результате такого взрыва могут произойти значительные разрушения и тяжелые травмы людей.

К работам по эксплуатации, хранению и транспортировке баллонов с газами допускаются лица, прошедшие медицинское освидетельствование, вводный инструктаж, первичный инструктаж, обучение и стажировку на рабочем месте, проверку знаний требований охраны труда, имеющие удостоверение на право обслуживания сосудов под давлением.

- Персонал, обслуживающий сосуды под давлением, обязан:
- Выполнять только ту работу, которая определена рабочей инструкцией.
- Выполнять правила внутреннего трудового распорядка
- Правильно применять средства индивидуальной и коллективной защиты.
- Соблюдать требования охраны труда.
- Немедленно извещать своего непосредственного или вышестоящего руководителя о любой ситуации, угрожающей жизни и здоровью людей, о каждом несчастном случае, происшедшем на производстве,

или об ухудшении состояния своего здоровья, в том числе о проявлении признаков острого профессионального заболевания (отравления);

- Проходить обучение безопасным методам и приемам выполнения работ и оказанию первой помощи пострадавшим на производстве, инструктаж по охране труда, проверку знаний требований охраны труда.
- Проходить обязательные периодические (в течение трудовой деятельности) медицинские осмотры (обследования), а также проходить внеочередные медицинские осмотры (обследования) по направлению работодателя в случаях, предусмотренных Трудовым кодексом и иными федеральными законами.
- Уметь оказывать первую помощь пострадавшим от электрического тока, от лазерного излучения и при других несчастных случаях.
- Уметь применять средства первичного пожаротушения.

При эксплуатации, хранении и транспортировке баллонов с газами возможны воздействия следующих опасных и вредных производственных факторов:

- возможность взрыва в результате неправильной эксплуатации или неисправности оборудования (баллоны с газом, газогенератор);

- газы (длительное вдыхание ацетилен может повлечь за собой головокружение или отравление; пропан-бутан-метановая смесь при больших концентрациях может вызвать отравление); физические перегрузки.

Каждый работник должен быть обеспечен спецодеждой, спецобувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с Типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты и Коллективным договором.

В случаях травмирования или недомогания необходимо прекратить работу, известить об этом руководителя работ и обратиться в медицинское учреждение. За невыполнение данной инструкции виновные привлекаются к ответственности согласно законодательству Российской Федерации.

Техника безопасности при работе с газовыми баллонами:

- Не бросайте баллон.
- Не ударяйте по баллону.
- Поставьте баллон в такое место, в котором он не будет нагреваться, нельзя забывать, что в баллоне находится взрывчатое вещество.
- Держите баллоны в специальном проветриваемом ящике (вне дома) или специальном помещении, не ниже уровня земли (баллонный газ тяжелее воздуха и при утечке собирается в низинах).
- Укрепите баллоны вертикально (не лежа и не наклонно).
- Использованные баллоны не накапливайте, а сразу отправляйте на перезаправку: в каждом баллоне остается немного жидкого газа, возможны утечки, которые дадут в присутствии искры очень большой эффект.
- Не беритесь незащищенными руками за вентиль, чтобы закрыть его при нагревании баллона или появившемся небольшом язычке пламени у вентиля.
- Накиньте на горячий вентиль мокрую плотную ткань, и уже затем закройте вентиль.
- Помните, утечку газа можно обнаружить с помощью мыльной пены. При хранении баллонов в помещении персонал обязан знать, что:
  - а) баллон должен быть в вертикальном положении и надежно укреплен;



б) двери шкафа должны быть оборудованы так, чтобы не было доступа посторонним;

в) хранение баллонов с кислородом и горючими газами

### ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

г) на баллоны, используемые в работе, должны быть накручены колпаки.

При транспортировке баллонов эксплуатирующий персонал должен знать, что:

а) при транспортировке баллонов должны быть предусмотрены меры, предотвращающие падение, повреждение и загрязнение баллонов;

б) перевозка баллонов должна производиться на рессорном транспорте или на автокарах в горизонтальном положении обязательно с прокладками между баллонами. В качестве прокладок могут применяться деревянные бруски с вырезанными гнездами для баллонов, а также веревочные или резиновые кольца толщиной не менее 25мм по два кольца на баллон;

в) баллоны во время перевозки должны укладываться вентилями в одну сторону;

г) при транспортировании баллонов с ядовитыми и горючими газами на боковых штуцерах вентилях баллонов должны быть поставлены заглушки;

д) разрешается перевозка баллонов в специальных контейнерах, а также без контейнеров, в вертикальном положении обязательно с прокладками между ними и ограждением от возможного падения;

е) при перевозке баллоны должны быть защищены брезентом от действия осадков и солнечных лучей;

ж) погрузка, выгрузка и переноска баллонов должна производиться с осторожностью, не менее чем двумя рабочими;

з) снимать баллоны с автомашины разрешается только вниз башмаком.

Взрывозащита систем повышенного давления достигается организационно-техническими мероприятиями; разработкой инструктивных материалов, регламентов, норм и правил ведения технологических процессов; организацией обучения и инструктажа обслуживающего персонала; осуществлением контроля и надзора за соблюдением норм технологического режима, правил и норм техники безопасности, пожарной безопасности и т.п. Кроме того, оборудование повышенного давления должно быть оснащено системами взрывозащиты, которые предполагают:

- применение гидрозатворов, огнепреградителей, инертных газов или паровых завес;

- защиту аппаратов от разрушения при взрыве с помощью устройств аварийного сброса давления (предохранительные мембраны и клапаны, быстродействующие задвижки).

#### **6.4 Региональная безопасность**

Охрана окружающей среды — комплекс мер, предназначенных для ограничения отрицательного влияния человеческой деятельности на природу.

Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух).

Подложки, которые имеют дефекты, то есть не пригодные для дальнейшей работы, отправляются на переплавку.

Так же необходимо позаботиться о отдельных контейнерах для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика. Необходимо заключить договор с компанией, вывозящей мусор, чтобы она обеспечивала доставку разделенных отходов фирмам, занимающимся переработкой отходов.

#### **6.4.1 Защита атмосферы**

Энергопотребление устройств, работающих почти круглые сутки, имеет особое значение. Ведь те продукты, у которых этот показатель велик, не только обходятся покупателям дороже, но и наносят вред окружающей среде. В настоящий момент наиболее строгим из существующих мировых стандартов экологичности для компьютерной техники является стандарт ТСО-99.

Вопрос об утилизации старого оборудования предусматривается российским законодательством [10] и международными требованиями стандартов «ISO 14001:2004» (система экологического менеджмента) и «ISO 9001:2008» (система менеджмента качества).

К сфере защиты ЗА и рационального использования природных ресурсов относится и экономия ресурсов, в частности, энергетических. Реальным вкладом здесь может стать экономия электрической и тепловой энергии на территории предприятия. Во-первых, это улучшает экономические показатели деятельности предприятия (уменьшение расходов на электротепловую энергию). Во-вторых, экономия энергии означает уменьшение газа, мазута, угля, сжигаемого в топках котлов ТЭС и электроустановок (котельных) промпредприятий города Томска и области и одновременное уменьшение выбросов загрязняющих веществ в атмосферный воздух. Несмотря на кажущуюся малость вклада в энергосбережение и в защиту атмосферного воздуха от загрязнения массовое движение в этом направлении, в том числе, в быту, принесет значимый эффект.

#### **6.5. Организационные мероприятия обеспечения безопасности.**

Эффективный и безопасный труд возможен только в том случае, если производственные условия на рабочем месте отвечают всем требованиям международных стандартов в области охраны труда.

Существуют следующие требования по организации рабочих мест:

1. Рабочий стол должен регулироваться по высоте в пределах 680-800 мм; при отсутствии такой возможности его высота должна составлять 725 мм. Оптимальные размеры рабочей поверхности столешницы -

1400x1000 мм. Под столешницей рабочего стола должно быть свободное пространство для ног с размером по высоте не менее 600 мм, по ширине - 500 мм, по глубине - 650 мм. На поверхности рабочего стола для документов необходимо предусматривать размещение специальной подставки, расстояние которой от глаз должно быть аналогично расстоянию от глаз до клавиатуры, что позволяет снизить зрительное утомление.

2. Рабочий стул (кресло) должен быть снабжен подъемно-поворотным устройством, обеспечивающим регулицию высоты сидений и спинки; его конструкция должна предусматривать также изменение угла наклона спинки. Рабочее кресло должно иметь подлокотники. Регулировка каждого параметра должна легко осуществляться, быть независимой и иметь надежную фиксацию. Высота поверхности сидения должна регулироваться в пределах 400-500 мм. Ширина и глубина сиденья должна составлять не менее 400 мм. Высота опорной поверхности спинки должна быть не менее 300 мм, ширина - не менее 380мм. Радиус ее кривизны в горизонтальной плоскости - 400 мм. Угол наклона спинки должен изменяться в пределах 90-110о к плоскости сиденья. Материал покрытия рабочего стула должен обеспечивать возможность легкой очистки от загрязнения. Поверхность сиденья и спинки должна быть полумягкой, с нескользящим, не электризующим и воздухопроницаемым покрытием.

3. На рабочем месте необходимо предусматривать подставку для ног. Ее длина должна составлять 400 мм ширина - 300 мм. Необходимо предусматривать регулировку высоты в пределах от 0 - 150 мм и угла её наклона в пределах 0 - 200. Она должна иметь рифленое покрытие и бортик высотой 10 мм по нижнему краю.

Виды деятельности подразделяются на следующие группы:

1. группа А - работа по считыванию информации с ВДТ или ПЭВМ с предварительным запросом;
2. группа Б - работа по вводу информации;
3. группа В - творческая работа в режиме диалога.

Для видов деятельности устанавливаются три категории (I, II, III) тяжести и напряженности работы с ПЭВМ и ВДТ

Время непрерывной работы для I кат. - 2 часа; для II и III категории 1,5-2 часа. Сумма времени регламентированных перерывов при 8 - часовом рабочем дне составляет для I кат. - 30 мин.; для II кат. - 50 мин.; для III кат. - 70 мин.

Режим труда и отдыха операторов, работающих с ЭВМ, должен быть следующим: через каждый час интенсивной работы необходимо устраивать 15 - минутный перерыв, при менее интенсивной через каждые 2 - часа. Эффективность регламентируемых перерывов повышается при их сочетании с производственной гимнастикой. Производственная гимнастика должна включать комплекс упражнений, направленных на восполнение дефицита двигательной активности, снятие напряжения мышц шеи, спины, снижение утомления зрения. Она проводится в течение 5 - 7 мин. 1 - 2 раза в смену

#### **6.6. Особенности законодательного регулирования проектных решений.**

1. ГОСТ 54 30013-83 Электромагнитные излучения СВЧ. Предельно допустимые уровни облучения. Требования безопасности
2. ГОСТ 12.4.154-85 "ССБТ. Устройства экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты"
3. ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
4. СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96 "Электромагнитные излучения радиочастотного диапазона (ЭМИ РЧ)".
5. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
6. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.

7. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.
8. ГОСТ 12.4.123-83. Средства коллективной защиты от инфракрасных излучений. Общие технические требования.
9. ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
10. ГОСТ 12.1.030-81. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление.
11. ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования. ГОСТ 12.2.037-78. Техника пожарная. Требования безопасности
12. СанПиН 2.1.6.1032-01. Гигиенические требования к качеству атмосферного воздуха
13. ГОСТ 30775-2001 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Классификация, идентификация и кодирование отходов.
14. СНиП 21-01-97. Противопожарные нормы.
15. ГОСТ 12.4.154. Система стандартов безопасности труда. Устройства, экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты. Общие технические требования, основные параметры и размеры
16. СНиП 23-05-95 "Естественное и искусственное освещение"

### **Графические материалы**

- 1) Освещенность на рабочем месте
- 2) Пути эвакуации

### **6.7. Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

Производство находится в городе Томске с континентально-циклоническим климатом. Природные явления (землетрясения, наводнения, засухи, ураганы и т. д.), в данном городе отсутствуют.

Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и диверсия.

Для Сибири в зимнее время года характерны морозы. Достижение критически низких температур приведет к авариям систем теплоснабжения и жизнеобеспечения, приостановке работы, обморожениям и даже жертвам среди населения. В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные обогреватели. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась.

Чрезвычайные ситуации, возникающие в результате диверсий, возникают все чаще

Зачастую такие угрозы оказываются ложными. Но случаются взрывы и в действительности.

Для предупреждения вероятности осуществления диверсии предприятие необходимо оборудовать системой видеонаблюдения, круглосуточной охраной, пропускной системой, надежной системой связи, а также исключения распространения информации о системе охраны объекта, расположении помещений и оборудования в помещениях, системах охраны, сигнализаторах, их местах установки и количестве. Должностные лица раз в полгода проводят тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации.

### **6.7.1 Факторы пожарной и взрывной природы**

По взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В1 - В4, Г и Д, а здания - на категории А, Б, В, Г и Д. По пожарной опасности наружные установки подразделяются на категории А<sub>н</sub>, Б<sub>н</sub>, В<sub>н</sub>, Г<sub>н</sub> и Д<sub>н</sub>.

Согласно НПБ 105-03 лаборатория относится к категории Б - производства, связанные с применением жидкости с температурой вспышки паров 28 ... 120°C и горючих газов, нижний предел взрываемости

которых более 10% к объему воздуха, применением этих газов и жидкостей в количествах, которые могут образовать с воздухом взрывоопасные смеси, а также производства, в которых выделяются переходящие во взвешенное состояние горючие волокна или пыль в таком количестве, что они могут образовать с воздухом взрывоопасные смеси.

Помещение лаборатории можно отнести ко 2-ой группе по степени опасности развития пожара, характеризующейся достаточно серьезной пожарной нагрузкой, поскольку в лаборатории находится достаточное количество электрического оборудования, а также наличествуют легковоспламеняющиеся вещества (спирт, бензин и др.).

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды.

Средства индивидуальной защиты:

- Защитные пластиковые каски.
- Защитные очки.
- Щиты ограждения.
- Различные респираторы и противогазы.
- Рукавицы.
- Предохранительные пояса и страховочные канаты.
- Комплекты для защиты работающего от электрической дуги (термостойкие костюмы).

Огнетушители водо-пенные (ОХВП-10) используют для тушения очагов пожара без наличия электроэнергии. Углекислотные (ОУ-2) и порошковые огнетушители предназначены для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Кроме того, порошковые применяют для тушения документов. Для тушения токоведущих частей и



электроустановок применяется переносной порошковый огнетушитель, например ОП-5.

В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений на высоте не более 1,35 м. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

Ионные и лазерные установки должны компоноваться, а входящие в их состав блоки размещаться с учетом мер, обеспечивающих помехоустойчивость управляющих и измерительных цепей этих установок от электромагнитного воздействия, вызываемого флуктуацией газового разряда, обуславливающей характер изменения нагрузки источника питания (по ПУЭ, 1999).

Как известно причины возникновения пожаров может быть: неосторожное обращение с огнём; несоблюдение правил эксплуатации производственного оборудования и электрических устройств; самовозгорание веществ и материалов; разряды статического электричества; грозовые разряды. Опасные факторы пожара, воздействующие на людей:

- высокая температура среды в зоне горения, открытый огонь, искры;
- дымообразование, токсичные продукты горения;
- пониженная концентрация кислорода в зоне пожара за счет его роли как окислителя в химических реакциях при горении;
- обрушение конструкций здания, падение обгоревших предметов;
- вероятность взрыва.

Высокая температура в зоне горения может привести к ожогам или сгоранию кожного покрова тела и внутренних органов человека, вызвать

потерю несущей способности строительных конструкций зданий и сооружений, их обрушение.

Дымообразование чрезвычайно опасно для человека. При пожарах выделяется большое количество дыма. Дым — сложная смесь газообразных и мелкодисперсных продуктов горения. Большинство составляющих дыма для человека небезопасны. Их вдыхание приводит к острым отравлениям.

Исходя из выше сказанного, неотъемлемой частью комплекса защитных мероприятий на рабочем месте являются мероприятия, направленные на обеспечение противопожарной безопасности. Необходимо:

- Периодически проверять состояние пожарной безопасности объекта;

- Обеспечить содержание в постоянной исправности систем противопожарной защиты (противопожарного водопровода, установок сигнализации, автоматического пожаротушения и др.). В случае неисправности или выхода из строя этих систем принимать меры к приведению их в работоспособное состояние;

- Организовать противопожарную подготовку (противопожарный инструктаж, пожарно-технический минимум) подчиненных работников.

- Не допускать к работе лиц, не прошедших противопожарного инструктажа.

В нашем случае наиболее вероятным источником возгорания может оказаться неисправность и неправильная эксплуатация электроустановок.

Предусмотренные в лаборатории средства пожаротушения (согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02.-85) огнетушитель ручной углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре). Кроме того, каждое помещение оборудовано системой противопожарной сигнализации.

При обнаружении обрыва проводов питания, неисправности заземления и других повреждений электрооборудования, появления запаха гари необходимо немедленно отключить питание и сообщить об аварийной ситуации руководителю отдела (ответственному) и дежурному электрику.

При обнаружении человека, попавшего под напряжение, немедленно освободить его от действия тока путем отключения электропитания и до прибытия врача оказать потерпевшему первую медицинскую помощь.

При возгорании оборудования по питанию и принять меры к тушению очага пожара при помощи углекислого или порошкового огнетушителя, вызвать пожарную команду и сообщить о происшествии ответственному по пожарной безопасности отдела.

В случае, невозможности самостоятельного тушения возникшего пожара, необходимо эвакуироваться согласно плану, представленному на рисунке 6.5, предварительно плотно закрыв за собой дверь.



Рисунок 6.7.1 План эвакуации

### **6.7.2 Организационные защитные мероприятия**

При поступлении на работу с каждым с сотрудником проводится инструктаж по технике безопасности, что незамедлительно фиксируется в соответствующем журнале.

Каждый сотрудник знакомится с правилами оказания первой помощи при поражениях электрическим током, в помещении лаборатории находится аптечка со всеми необходимыми медикаментами.

На стене вывешивается инструкция по технике безопасности, план эвакуации при пожаре.

### **6.7.3 Меры по технике безопасности на рабочем месте.**

1. К работе с электроустановками допускаются лица, имеющие третью либо четвертую группу допуска, устанавливаемые квалификационной комиссией.

2. Лица, не имеющие непосредственного отношения к обслуживанию электроустановок, к работе с ними не допускаются.

3. Все питающие части должны быть заземлены. Сопротивление заземления должно не превышать 40 Ом.

4. При замене (установке) плат расширения необходимо пользоваться браслетом заземления, либо перед осуществлением этой операции избавиться от накопленного на теле статического заряда посредством прикосновения к заниженной части компьютера, в противном случае возможно повреждение чувствительных к статике микроэлементов ЭВМ.

5. Для исключения поражения электрическим током запрещается: часто включать и выключать компьютер без необходимости, прикасаться к экрану и к тыльной стороне блоков компьютера, работать на средствах вычислительной техники и периферийном оборудовании мокрыми руками, работать на средствах вычислительной техники и

периферийном оборудовании, имеющих нарушения целостности корпуса, нарушения изоляции проводов, неисправную индикацию включения питания, с признаками электрического напряжения на корпусе, класть на средства вычислительной техники и периферийном оборудовании посторонние предметы.

6. Запрещается под напряжением очищать от пыли и загрязнения электрооборудование.

7. Запрещается проверять работоспособность электрооборудования в непригодных для эксплуатации помещениях с токопроводящими полами, сырых, не позволяющих заземлить доступные металлические части.

8. Недопустимо под напряжением проводить ремонт средств вычислительной техники и периферийного оборудования. Ремонт электроаппаратуры производится только специалистами-техниками с соблюдением необходимых технических требований.

9. Во избежание поражения электрическим током, при пользовании электроприборами нельзя касаться одновременно каких-либо трубопроводов, батарей отопления, металлических конструкций, соединенных с землей.

10. При приближении грозы необходимо оперативно закончить работу на компьютере и отключить его от сети во избежание повреждения последовательного порта и исключения сбоев при возможных скачках напряжения в сети, характерных в подобных случаях.

### **Вывод к шестому разделу**

Были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на установке и поведение в них, а также правила работы с установкой в целях предотвращения несчастных случаев. В целях практической работы, был произведен расчет искусственной освещенности рабочей зоны, результатом которого является соответствие рассчитанного типа ламп ЛД.

## Основные выводы по всей работе.

1. Технологические этапы, основные электрофизические параметры, а также продолжительность процессов азотирования в тлеющем разряде, как в аммиаке, так и в смеси газов «азот-аргон-метан» практически идентичны. Принципиальное отличие состоит только в величинах рабочего давления, необходимого для достижения максимальной плотности тока и температуры насыщения. Для аммиачной среды величина давления составляет  $P=330$  Па, для тройной смеси без аммиака –  $P=500$  Па для нагрева обрабатываемых деталей до температуры  $T=500$  °С.

2. Проведение процесса азотирования в тлеющем разряде с использованием тройной газовой смеси «азот-аргон-метан» более экономично и безопасно, по сравнению с азотированием в аммиаке.

3. Анализ результатов измерения микротвердости показал, что ионное азотирование в газовой смеси ( $75\%N_2 + 20\%Ar + 5\%CH_4$ ) при температуре  $T=500$  °С, так же как и в аммиаке, ведет к значительному увеличению микротвердости поверхности, что обусловлено формированием в поверхностном слое нитридных и карбонитридных фаз. Абсолютные значения твердости зависят от состава и количества нитридообразующих легирующих элементов в сталях. Состав рабочей среды практически не влияет на этот параметр.

4. Видно преимущество ионного азотирования в среде газовой смеси ( $75\%N_2 + 20\%Ar + 5\%CH_4$ ) перед традиционным ионным азотированием в аммиаке по скорости формирования упрочненного слоя. За одинаковое время изотермической выдержки при температуре  $T=500$  °С глубина слоя полученного в аммиаке на ~ 10-15 % меньше по сравнению с азотированием в предлагаемой тройной смеси. То есть, на глубину упрочненного слоя, помимо легирующих добавок в сталях, заметное влияние оказывает состав насыщающей среды.

5. Анализ дифрактограмм образцов из стали 40Х показывает, что на поверхности образцов после ионного азотирования в тлеющем разряде азотосодержащего газа  $75\%N_2 + 20\%Ar + 5\%CH_4$ , в отличие от азотирования в аммиаке, помимо нитридных фаз железа и хрома обнаружены рефлексы карбонитридов этих элементов. То есть при использовании тройной смеси реализуется процесс нитроцементации в тлеющем разряде.

## Список литературы

1. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. и др. Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991, 320с.
2. Арзамасов Б.Н. и др. Ионная химико – термическая обработка сплавов. М.: Изд. МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1999, 400с.
3. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. Структура и прочность азотированных сплавов. М.: Металлургия, 1982, 192с.
4. Абдулин И.Ш., Ибрагимов Г.Н. и др. Установка для ВЧ – плазменной обработки. Тез. докладов VI конф. по физике газового разряда. Казань, 23 – 24 июня 1992, ч2, с.117 - 118.
5. . Панайоти Т.А. Создание максимальной насыщающей способности газовой среды при ионном азотировании сплавов. ФХОМ, 2003, №4, с.70 – 78.
6. Кибальникова О.В., Михайлова А.М., Серянов Ю.В. и др. Влияние магнитного поля на азотирование сталей системы Fe – Ni – Cr. ФХОМ, 2002, №3, с.86 – 89.
7. Бабад-Захряпин А.А., Кузнецов Г.Д., Радиационно-стимулируемая химико-термическая обработка, –М.: Энергоиздат, 1982. - 182 с.
8. Белый А.В., Кукареко В.А.,Тарасевич И.Ю. и др. Влияние плотности ионного тока на структурные параметры и свойства поверхностных слоев хромосодержащих сплавов железа, модифицированных ионами азота. ФХОМ, 2000, №4, с.11 – 17.
9. R.Wei. Low energy, high current density ion implantation of materials at elevated temperatures for tribological applications. Surf.Coat.Technol., 1996, v.83, p.218 – 227.



10. R. Wei, J.J.Vajo, P.J.Wilbur et. al. A comparative study of beam ion implantation and nitriding of AISI 304 stainless steel. Surf.Coat.Technol., 1996, v.83, p.235 – 242.
11. Bannykh O.A., Zinchenko V.M., Prusacov B.A. et. al. Development of nitriding in Russia. Fourth period (1980 – present time):new directions in the development of LTCTT. Metal Science and Heat Treatment, v.43, Nos.3 – 4, 2001, p.131 – 137.
12. Панайоти Т.А. Создание максимальной насыщающей способности газовой среды при ионном азотировании сплавов. ФХОМ, 2003, №4, с.70 – 78.
13. Akgun Alsarani, Mehmet Karakan, Auhan Gelik. The investigation of mechanical properties of ion – nitrided AISI SI40 low – allow steel. Materials Characterization. 48 (2002), p.323 – 327.
14. Sanchette F., Denconde E.,Burvson M. et. al. Single cycle plasma nitriding and hard coating deposition in a cathodic arc evaporation device. Surf.Coat.Technol., 1997, v.94-95, p.201 – 207.
15. Efstathios I. Meletis. Intensified plasma – assisted processing: science and engineering. Surf.Coat.Technol., 2002, v.149,p.95 – 113.
16. Борисов Д.П., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Генерация объемной плазмы дуговым разрядом с накаливаемым катодом. Изв. вузов. Физика, т.37, 1994, №3, с.115-120.
17. Щанин П.М., Коваль Н.Н., Гончаренко И.М., Григорьев С.В. Азотирование конструкционных сталей в газовых разрядах низкого давления. ФХОМ, 2001, №3, с.16 – 19.
18. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. Азотирование стали. М.: Машиностроение, 1976, 256с.

19. Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико – термическая обработка металлов. М.: Металлургия, 1985, 256с.
20. I.M. Goncharenko, S.V.Grigoriev, I.V.Lopatin et.al. Surface modification of steels by complex diffusion saturation in low pressure arc discharge. Surf.Coat.Technol., 169-170 (2003), p.419 – 423
21. D.P.Shashkov. Effect of nitriding on mechanical properties and wear resistance of titanium alloys. Metal Science and Heat Treatment. Vol.43, Nos.5-6, 2001.
22. G.S.Fox-Rabinovich, N.A.Buche, A.I.Kovalev et.al. Impact of ion modification of HSS surfaces on the wear resistance of cutting tools with surface engineered coating. Wear, 249 (2001), p.1051-1058.
23. J.C.A.Batista, M.C.Joseph, C.Godoy et. al. Micro-abrasion wear testing of PVD TiN coatings untreated and plasma nitriding AISI H13 steel. Wear, 249 (2002), p.971-979.
24. Борисов Д.П., Гончаренко И.М., Коваль Н.Н., Тухфатулин А.А. и др. Ионно – плазменное формирование износостойких слоев на поверхности конструкционной стали. ФХОМ, 1997, №4, с.40 – 44.
25. Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. Материаловедение. М.: Металлургия, изд. 6-е перераб. 1989, 360с.
26. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976, 102с.
27. Износостойкость. Под ред. Благонравова А.А. М.: Изд. "Наука", 1975, 265с.
28. Шиврин О.Н. Дифракция рентгеновских лучей в кристаллах. Петрозаводск, 1980, 108с.
29. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982, 631с.

30. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно – оптический анализ.: учебное пособие для вузов изд.4-е доп.и перераб.-М.: “МИСИС”, 2002, 360с.
31. Фельдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. Пер. с англ. М: Мир, 1989, 344с.
32. Черепин В.Т. Ионный зонд. Киев: Наука. Думка, 1981, 328с.
33. Нефедов В.И., Черепин В.Т. Физические методы исследования поверхности твердых тел. М.: Наука, 1983, 296с.
34. Капцов Н.А. Электрические явления в газах и вакууме. –М.-Л.: Гостехиздат, 1950. –807 с..
35. Коханенко В.В., Шмакова З.А. Определение температуры газа в тлеющем разряде повышенного давления. – Науч. тр. / Свердловский физ.тех. ин-т, 1950, вып.30.
36. Грановский В.Л. Электрический ток в газе.- М.: Наука, 1971. – 543 с.

**Приложения А**  
**Plasmanitrieren des Legierungsstahls**  
**mit Anwendung des Glimmens ohne Ammoniak**

**Ziel:**

Untersuchung der Technologien des Plasmanitrierens von den Eisenteilen im Maschinenbau im Plasma des Glimmens mit der Anwendung des Gasgemisches: Stickstoff, Argon, Methan.

**Untersuchungsobjekt:** Stahl von Stahlmarken 40X, P6M5, 40X13

**Plasmanitrieren**

Das Nitrieren ist ein thermochemisches Verfahren zum Anreichern der Randschicht eines Werkstückes oder Bauteiles mit Stickstoff. Bei den Verfahren kann zwischen Gas- und Plasmanitrierverfahren unterschieden werden. Wird zusätzlich Kohlenstoff zugegeben, spricht man vom Nitrocarburieren. Das Verfahren arbeitet mit einem Stickstoff-Wasserstoff-Gasgemisch als Nitriermedium, das in einen Vakuumofen bei einem Unterdruck von 50 Pa bis 600 Pa mittels einer stromstarken Glimmentladung ionisiert wird. Wegen der hohen energetischen Wirkung des Plasmas kann die Arbeitstemperatur beim Plasmanitrieren gegenüber dem Salzbad- und dem Gasnitrieren erheblich abgesenkt werden, so dass dieses Verfahren auch bei verzugempfindlichen Werkstoffen und Bauteilen eingesetzt werden kann. Der typische Arbeitsbereich beim Plasmanitrieren von Eisenlegierungen liegt zwischen 350 °C und 600 °C. Übersteigt nach Einschalten die Hochspannung, die zwischen Ofenwand und Charge angelegt wird, einen kritischen Wert, zündet eine Glimmentladung. Das Plasma bewirkt, dass an der Oberfläche diffusionsfähiger Stickstoff gebildet wird, der dann bei hinreichend hoher Bauteiltemperatur und einer entsprechend langen Behandlungszeit bei bestimmten Stählen bis zu 0,8 mm tief in die Randzone eindiffundieren kann. Je nach Prozessführung wird eine reine Diffusionsschicht oder bei Überschreiten der Löslichkeitsgrenze zusätzlich eine  $\gamma'$ (Fe<sub>4</sub>N) oder  $\epsilon$ (Fe<sub>2</sub>-

${}_{3}\text{C}_x\text{N}_y$ ) Eisenitridphase von 2  $\mu\text{m}$  bis 20  $\mu\text{m}$  Dicke aufgebaut. Während die erzielbare Randhärte im Wesentlichen von der Stahlsorte bestimmt wird, werden die Dicken der erzeugten Schichten zusätzlich durch die Behandlungstemperatur, die Behandlungszeiten und das Stickstoffangebot im Prozessgas beeinflusst.

Als Plasma wird ein elektrisch leitfähiges Gas bezeichnet. Damit ein Gas leitfähig ist, müssen freie Ladungsträger für den Stromtransport zur Verfügung stehen. Bei Drücken von  $> 0,1$  bar ist diese Bedingung erst bei Temperaturen größer ca. 8000 K erfüllt. Wird der Druck auf ca. 1mbar verringert, kann ein Plasma auch bei weitaus geringeren Temperaturen erzeugt werden. Dieser Effekt wird bei der Plasmawärmebehandlung ausgenutzt. Das Niederdruckplasma ermöglicht eine "Hochtemperatur-Oberflächenchemie bei niedrigen Bauteiltemperaturen" und eröffnet für viele Bereiche Verfahrenstechniken, die einzigartig sind. Zur Plasmaerzeugung wird im Vakuum zwischen Bauteil (Kathode) und Behälterwand (Anode) eine Spannung von mehreren hundert Volt angelegt. In Abhängigkeit von der Leitfähigkeit der verwendeten Gase ergibt sich bei angelegter Spannung eine bestimmte Stromdichte. Der Zusammenhang zwischen Spannung und Stromdichte einer Glimmentladung ist in Bild 5-1 schematisch dargestellt.

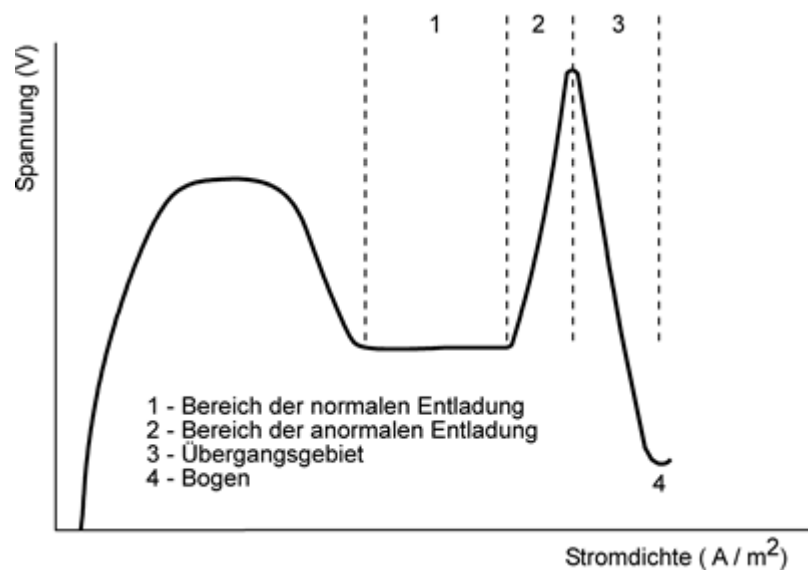


Bild 1: Stromdichte Potentialkurve einer Glimmentladung

Um eine kontrollierte und gezielte Oberflächenveredelung mit Hilfe einer Plasmabehandlung gewährleisten zu können ist es erforderlich, den Behandlungsprozess unter definierten Bedingungen durchzuführen. Die Prozessabläufe werden durch den Einsatz modernster Prozess- und Regeltechnik vollautomatisch abgearbeitet, so dass an den Operator keine besonderen Anforderungen gestellt werden. Moderne Anlagen werden mit PC-Steuerung und Feldbussystemen ausgerüstet. Ist- und Sollwerte werden in schematischen Darstellungen visualisiert und dokumentiert. Ebenso werden die Funktionsstellungen relevanter Stellgrößen übersichtlich dargestellt. Wichtige Funktionen der Plasmaöfen, wie Druckschalter, Ventilstellungen für Evakuieren und Behandeln, Bereitstellung von Kühlwasser als auch Betrieb des Vakuumpumpstands werden überwacht und visualisiert. Die Prozessgaszusammensetzung wird über elektronisch geregelte Massflow-Controller gesteuert. Der Druck im Reaktionsraum wird über Druckmessgeräte erfasst und die Druckeinstellung erfolgt über Regelventile in der Saugleitung oder durch drehzahlgeregelte Wälzkolbenpumpen. Die Plasmaparameter Pulshöhe, Dauer und Taktfrequenz sind in den Behandlungsabläufen frei einstellbar. Zur Unterdrückung der Lichtbögen werden Ausschaltzeiten von unter zwei Mikrosekunden und Pulswiederholzeiten von bis zu 20 kHz realisiert.

Das Warmwand- bzw. Heißwandofenkonzept mit zusätzlicher Luftkühlung gestattet ein definiertes, beschleunigtes Aufheizen und Abkühlen der Charge. Standardbetriebsarten erlauben die Behandlung mit konstanten Plasmaleistungsdichten. Dadurch wird beispielsweise beim Plasmanitrieren sichergestellt, dass die Behandlungsergebnisse unabhängig von Ofengröße und der zu behandelnden Oberfläche sind. Durch die Pulstechnologie ist der Energieeintrag in die zu behandelnde Charge wesentlich geringer als bei einer reinen Gleichspannung. Daher können sehr enge Temperaturtoleranzen innerhalb der Charge eingehalten werden. Auch bei hohen Chargierdichten sind mit Hilfe der Pulstechnologie minimale Streuungen im Behandlungsergebnis möglich. Bei konstanter Plasmaleistung wird üblicherweise die Temperatur der Charge durch die

Ofenheizung geregelt, womit die thermische Prozessführung von der chemischen weitgehend entkoppelt wird.

### **Prozessbeschreibung**

Das Werkzeug wird in einem evakuierten Behälter als Kathode geschaltet, die Behälterwand als Anode. Ein stickstoffhaltiges Gas wird in geringen Mengen zugeführt. Nach Anlegen einer Hochspannung werden die Stickstoffatome in der Nähe der Kathode ionisiert. Die positiv geladenen Stickstoffionen werden zum Werkstück hin beschleunigt, treffen dort mit hoher kinetischer Energie auf und lagern sich in die Oberfläche ein. Die Auftreffenergie wird teilweise in Wärme umgesetzt. Durch exakte Steuerung der elektrischen Größen und der Gaszufuhr kann der Schichtaufbau optimal beeinflusst werden. Bei niedrigem Stickstoffangebot ist es sogar möglich, die Verbindungsschichtbildung zu unterdrücken.

### **Schichtaufbau**

#### **Verbindungsschicht**

Der Aufbau des äußeren Randschichtbereichs aus Nitriden, den bei Kohlenstoffstählen vorhandenen Carbonitriden, Nitrocarbiden sowie Primärcarbiden bei den übereutektoidischen Stählen, hat zu der Bezeichnung Verbindungsschicht geführt. Diese ist je nach den Behandlungsbedingungen und je nach Werkstoffzusammensetzung einige Mikrometer dick. Die Porosität in der Verbindungsschicht ist im Prinzip nicht zu vermeiden. Es wird angenommen, dass sie wegen der Metastabilität der Fe-N(-C)-Carbonitridphasen entsteht. Diese führt zum Ausscheiden von Stickstoff, der zu Molekülen rekombiniert. Dadurch entstehen Poren, bevorzugt an energetisch begünstigten Stellen wie z. B. Korngrenzen innerhalb der Verbindungsschicht.

#### **Diffusionsschicht**

Der Randschichtbereich unterhalb der Verbindungsschicht wird als Diffusionsschicht, manchmal auch als Ausscheidungs- oder Mischkristallschicht

bezeichnet. Im Unterschied zur Dicke der Verbindungsschicht kann die gesamte Nitrierschicht bis in eine Tiefe von einigen Zehntel Millimetern reichen. Der Gehalt an Legierungselementen wirkt sich auf das Wachstum der Diffusionsschicht aus. Mit zunehmendem Legierungsgehalt nimmt unter sonst gleichen Bedingungen die erreichbare Nitriertiefe ab.

Je nach Bedarf und Bauteilanforderungen können noch zusätzliche Schichten (beispielsweise Oxid- und/oder DLC-Schichten) aufgebracht werden.

### **Anlagenaufbau**

Ein wichtiges Merkmal einer sogenannten Warmwandanlage ist, dass die Erwärmung des Werkstücks im Wesentlichen durch die Wandheizung und nicht durch das Plasma erfolgt. Hierdurch können die Plasmaprozessparameter unabhängig von der Prozesstemperatur in optimaler Weise angepasst werden. Die Plasmaspannung wird in Form von Rechteckpulsen mit einer Folgefrequenz von bis zu 50 kHz angelegt. Pulse positiver und negativer Polarität sind möglich, was die Abscheidung isolierender Schichten erlaubt. Thermoelemente sorgen für eine akkurate Temperaturmessung und -anpassung. Gemessen wird diese entweder nahe dem oder direkt im Werkstück.

### **Eigenschaften**

Das Nitrieren ist aufgrund der niedrigen Prozesstemperaturen das geeignete Diffusionsverfahren, wenn es um geringen Verzug geht. Die durch die Einlagerung von Stickstoff veränderte Gitterstruktur des Stahls vermindert zusätzlich noch die Gefahr der Adhäsion, die zum Fressen von Gleit- und Wälzpaarungen führt. Das Nitrieren bietet somit gewisse Notlaufeigenschaften.

Aufgrund des geringen Verzuges ist die Nacharbeit die Ausnahme. Das Flächenwachstum beträgt je nach Nitriertiefe 10–25 µm. Dünnwandige Körper oder poröse Materialien wachsen jedoch insgesamt mehr, aber auch reproduzierbar. Durch geeignetes Vorhalten von Maßabweichungen kann hier effektiv gegengesteuert werden.



## Umweltaspekt

Das Plasmanitrierverfahren ist aufgrund der Tatsache, dass keine giftigen Gase verwendet werden mitunter eine der umweltfreundlichsten Methoden der Oberflächenhärtung. Vergleicht man sie beispielsweise mit Gasnitrieranlagen, so erzeugen letztere 2.700-mal so viel CO/CO<sub>2</sub>, und 5.500-mal so viel NO<sub>x</sub> wie Plasmanitrieranlagen

Das Schema einer Plasmanitrieranlage zeigt Bild 2. Das Vakuum wird mit Drehschieber- und Wälzkolbenpumpen erzeugt. Die Gasversorgung erfolgt üblicherweise aus Flaschen, da die Medienverbräuche sehr gering sind (Liter / Stunde). Als weitere Ressource benötigt man Kühlwasser für die Behälterflansche. Die Temperatur wird direkt an mindestens einem Bauteil oder Werkzeug in der Charge gemessen. Eine externe Heizung (Warmwandrezipient) und geeignete Kühleinrichtungen (externer Ventilator / interner Ventilator) übernehmen die Temperaturregelung der Charge. Das Warmwandkonzept ermöglicht eine weitgehende Entkopplung von thermischen und chemischen Prozessen.

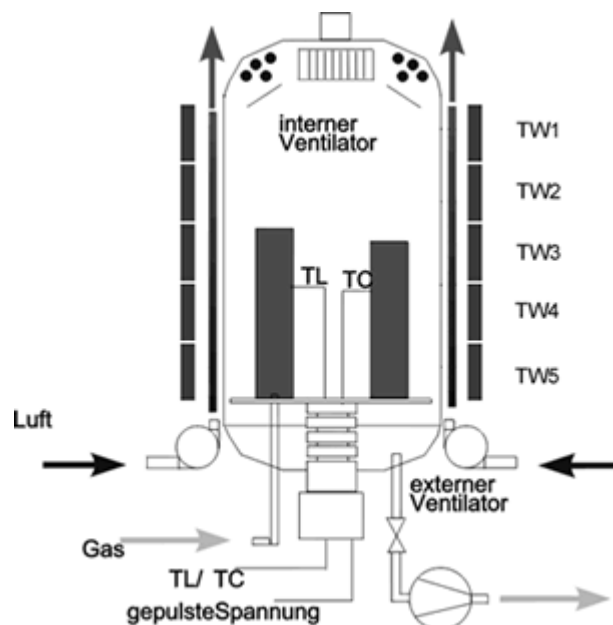


Bild 2: Schnitt durch eine Pulsplasmanitrieranlage

## Vorteile der Behandlung im Plasma

Plasmanitrieren bietet im Vergleich zu Gasnitrierverfahren zusätzliche Vorteile. Insbesondere bei hochlegierten Stählen kann mit dem Plasmanitrieren eine harte Oberflächenschicht gebildet werden, die den Verschleißwiderstand und die Abriebfestigkeit verbessert und dem Werkstoff eine hohe Resistenz gegen Reibverschweißung verleiht. Durch die Ausbildung von Druckspannungen in der Werkstoffoberfläche wird darüber hinaus die Dauerfestigkeit verbessert. Plasmanitrieren kommt bevorzugt bei Bauteilen zur Anwendung, die sowohl nitrierte als auch nicht-nitrierte Bereiche aufweisen sollen, da sich hier einfach Bereiche abdecken lassen und somit vor dem Nitrieren geschützt werden können. Da beim Plasmanitrieren auch die Möglichkeit besteht, eine Diffusionsschicht ohne Verbindungsschicht zu bilden, kommt dieses Verfahren oft im Vorfeld zur PVD/CVD-Beschichtung zum Einsatz. Auf diese Weise können die Beschichtungen und die Härtebilder individuell angepasst werden.

- Sehr gute Optimierungsmöglichkeiten des Schichtaufbaus hinsichtlich der Beanspruchung. (z. B. dünne Verbindungsschichten bei großer Nitrierhärte tiefe)
- Sehr gute Reproduzierbarkeit und enge Toleranzen im Behandlungsergebnis
- Keine Einschränkung hinsichtlich der Behandelbarkeit nitrierbarer Werkstoffe
- Geringere Rauigkeiten im Vergleich zur Behandlung im Salzbad und Gas
- Prozesskombinationen in einer Anlage, z. B. Nitrieren und Beschichten
- Bei Sinterteilen ist nach einer Behandlung im Plasma mit der besten Maß- und Formbeständigkeit zu rechnen. Zusätzlich können beim Plasmanitrieren während der Aufheizphase Reste von Kalibriermitteln sicher entfernt werden

Das Verhalten nitrierter Bauteile gegenüber tribologischen, chemischen und elektrochemischen Beanspruchungen wird vor allem durch den Aufbau der Verbindungsschicht bestimmt, ihr Verhalten gegenüber zyklischen, mechanischen und thermischen Beanspruchungen hauptsächlich durch den Aufbau der Diffusionsschicht. Verbindungsschichten aus Epsilon-Nitrid eignen sich als Schutzschichten gegenüber einem breiten Spektrum von

Schädigungsmechanismen. Das gilt besonders für ihren Widerstand gegenüber komplexen tribologischen und chemischen Beanspruchungen. Die hohe Härte der Eisennitride gewährleistet eine Erhöhung der Beständigkeit gegenüber abrasivem Verschleiß. Die Adhäsionsneigung von Epsilon-Nitridschichten ist auf Grund ihrer hexagonalen Struktur und ihrer Härte gering. Eisennitride sind passivierbar und zeichnen sich durch eine erhöhte Beständigkeit gegenüber neutralen Salzlösungen und atmosphärischer Korrosion sowie Tribooxidation aus. Nachteilig wirkt sich vor allem bei dynamischen Beanspruchungen die geringe Zähigkeit der Verbindungsschichten aus. Die Ausscheidung von Nitriden in der inneren arteigenen Randschicht führt zu einer Steigerung der Festigkeit und zum Aufbau von Druckeigenspannungen. Diese Wirkungen bleiben auch bei höheren Temperaturen erhalten. Diffusionsschichten haben deshalb neben der hohen Härte und hohen Druckeigenspannungen eine gegenüber dem Grundwerkstoff deutlich höhere Warmfestigkeit und Anlassbeständigkeit. Die bei tiefen Nitriertemperaturen erzeugten Ausscheidungszustände zeichnen sich durch eine relativ hohe Stabilität aus, die auch bei Prüftemperaturen oberhalb der Nitriertemperatur noch wirksam ist. Das rechtfertigt den Einsatz nitrierter Bauteile z. B. nitrierter Warmarbeitswerkzeuge und Ventile auch bei Temperaturen oberhalb der Nitriertemperatur. Mit der Steigerung der Festigkeit der Randschicht ist ein Rückgang ihrer Zähigkeit verbunden. Die Bruchzähigkeit von Diffusionsschichten ordnet sich in den bekannten Zusammenhang zwischen der Härte und der Bruchzähigkeit ein. Sie erreicht bei vergleichbarer Härte die Zähigkeit einsatzgehärteter Randschichten und gehärteter Schnellarbeitsstähle.

Die Diffusionsschichten der Warmarbeitsstähle mit 5%-Cr haben auf Grund ihrer deutlich höheren Härte eine geringere Zähigkeit. Die Zähigkeit wird darüber hinaus maßgeblich vom Ausgangsgefüge vor dem Nitrieren beeinflusst. Eine Nebenwirkung des Nitrierens ist eine von den Nitrierbedingungen und der Zusammensetzung des Grundwerkstoffes abhängige Umverteilung des Kohlenstoffs. Sie kann zu Zementitausscheidungen an Korngrenzen parallel zur Oberfläche führen, die einen Rückgang der Zähigkeit der Diffusionsschicht hervorrufen. Die Verfestigung der Diffusionsschicht führt in Verbindung mit den

Druckeigenstressungen zu einer deutlichen Erhöhung der Wälzfestigkeit und der Schwingfestigkeit sowie des Werkstoffwiderstandes gegenüber thermischer Ermüdung und Warmverschleiß. Die nitrierten Stähle erreichen die Wälzfestigkeit einsatzgehärteter Stähle. Dabei sind allerdings Grenzen, die sich aus der Nitrierhärte tiefe ergeben, zu berücksichtigen. Verwiesen sei besonders auf die Möglichkeit, die Kerbempfindlichkeit durch Nitrieren wirksam zu verringern.

Die Kombination einer harten, dünnen artfremden Schicht mit einer dickeren, verfestigten arteigenen Stützschiicht ist nur für Nitrierschichten charakteristisch. Daraus ergibt sich die von anderen Verfahren der Randschichttechnik unerreichte Anwendungsvielfalt des Nitrierens. Die relativ niedrigen Behandlungstemperaturen, gemessen am Einsatzhärten und thermischen Randschichthärten, gewährleisten niedrige Maß- und Formänderungen, aus ihnen ergeben sich aber auch Grenzen für die erreichbare Diffusionstiefe.

### Ergebnisse der Experimente

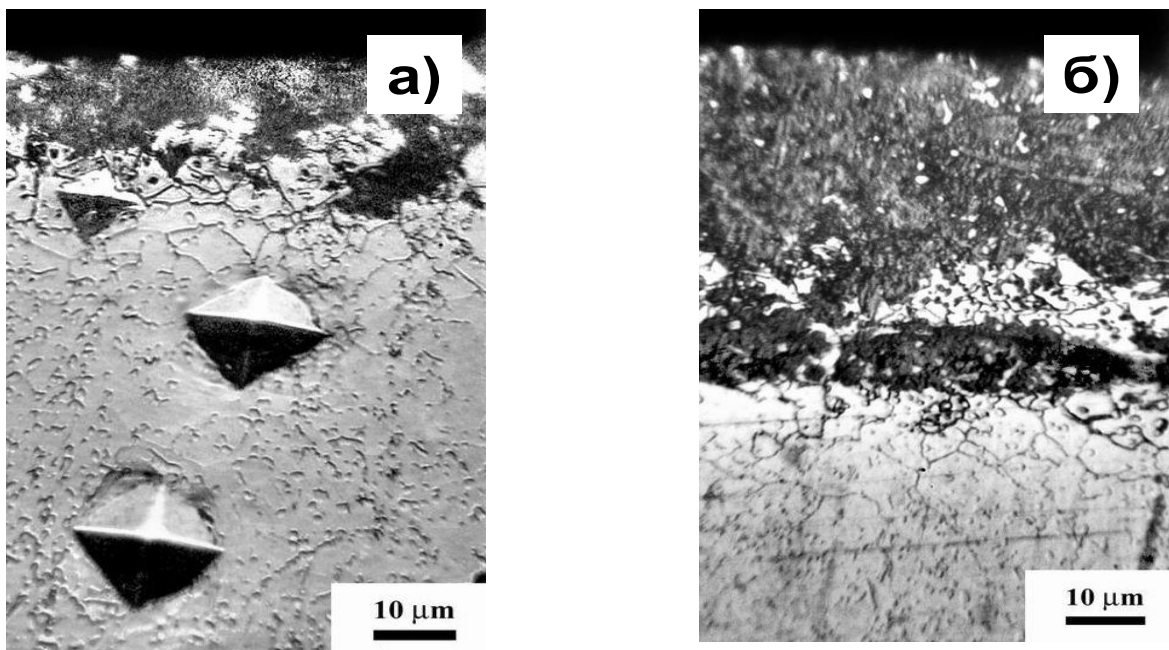
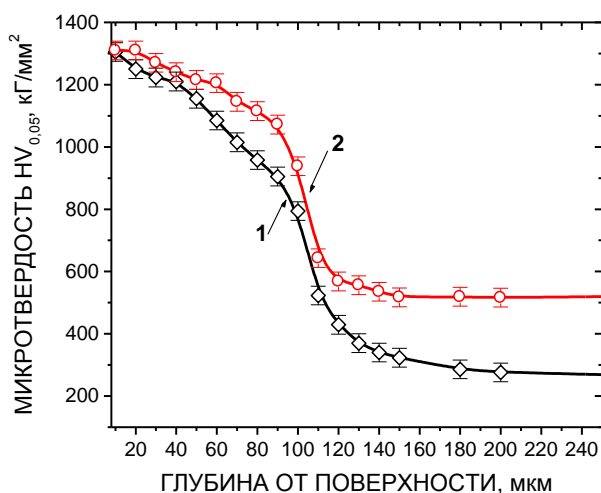


Bild 3. Mikrostruktur des Querschliffes vom Stahl 40X13 im Lieferungszustand a) nach dem Plasmanitrieren im Glimmen ( $\text{NH}_3$ ) im Laufe der 2 Stunden b) nach dem Plasmanitrieren im Glimmen im Laufe der 8 Stunden.

Es sei betont, dass die Testergebnisse nach der Mikrohärtigkeit, die auf dem Bild 3 dargestellt sind, eine geringere Bewehrung der Oberfläche nach der 8-

stundenlangen Bearbeitung im Vergleich mit dem 2-stundenlangen Nitrieren zeigen.

Die Schichtweite von der erhöhten Härte, die nach dem 8-Stundenlangen Nitrieren im Plasma des Glimmens ohne Ammoniak (im Gasgemisch) gebildet wurde, ist 10-15% dichter, als die Schichtweite, die mit Ammoniak nitriert wurde.



Das Bild zeigt die Verteilung der Mikrohärtigkeit nach der Tiefe bei den Proben aus Stahl 40X13 im Lieferungszustand (1) und im Zustand nach dem Nitrieren (2). Man sieht einen Vorteil der Verwendung vom Gasgemisch im Glimmen, das die Beschleunigung und Intensivierung des Festigungsvorgangs ermöglicht. Als Ursache dafür dient Methan. Wegen des Methans verläuft bei hoher Temperatur die gleichzeitige Konzentrationserhöhung vom Stickstoff, Kohlenstoff mit der Bildung der Karbonitride der legierenden Elemente. Die Untersuchung der Morphologie und des spezifischen Gehaltes der Karbonitride wird mit Hilfe der Methoden der Röntgenstrukturanalyse geplant.

### **Schlussfolgerung:**

Das Plasmanitrieren im Plasma des Glimmens mit der Anwendung von dem Gasgemisch ist die effektive Methode bei der Festigung der Oberflächen und kann das Nitrieren im Plasma des Glimmens mit Ammoniak ersetzen. Es sei betont, dass die Festigung der hochlegierten Stähle viel effektiver verläuft. Beim Nitrieren der hochlegierten Stähle (dazu gehört auch 40X13 und P6M5) verläuft eine diffusive Verschiebung der auflegierenden Atome in die Randschichte mit

der Bildung der entwickelten Zone des inneren Nitrierens, die die Partikeln von Nitrid – und Karbidphasen enthält.

Die erhöhte Konzentration des Kohlenstoffes ermöglicht das intensive Austrennen der hochfesten Anschlüsse beim Plasmanitrieren.