

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа - Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 16.04.01 Техническая физика
 Отделение школы (НОЦ) Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
АЗОТИРОВАНИЕ СТАЛИ 40X13 В ПЛАЗМЕ ВЫСОКОЧАСТОТНОГО РАЗРЯДА
УДК 621.785.545:669.14:533.9

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Клименко Ольга Ивановна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Трубченко Т.Г.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООТД ШБИП ТПУ	Антоневич О.А.	к.б.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

Компетенции выпускников ООП «Пучковые и плазменные технологии» по направлению
16.04.01 Техническая физика (2019 года приёма)

Код компетенции	Наименование компетенции
УК(У)-1	Способность осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, выработать стратегию действий
УК(У)-2	Способность управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способность организовывать и руководить работой команды, выработывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способность применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия
УК(У)-5	Способность анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способность определять и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы её совершенствования на основе самооценки
ОПК(У)-1	Способность к профессиональной эксплуатации современного научного и технологического оборудования и приборов, предназначенных для использования в области технической физики
ОПК(У)-2	Способность демонстрировать и использовать углублённые теоретические и практические знания фундаментальных и прикладных наук, в том числе из области технической физики
ОПК(У)-3	Готовность руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
ОПК(У)-4	Готовность к коммуникации в устной и письменной формах на русском и иностранном языках для решения задач профессиональной деятельности в области технической физики
ОПК(У)-5	Способность осуществлять научный поиск и разработку новых перспективных подходов и методов к решению профессиональных задач, готовность к профессиональному росту, к активному участию в научной деятельности, конференциях, выставках и презентациях
ПК(У)-1	Способность критически анализировать современные проблемы технической физики, ставить задачи и разрабатывать программу исследования, выбирать адекватные способы и методы решения экспериментальных и теоретических

Код компетенции	Наименование компетенции
	задач, интерпретировать, представлять и применять полученные результаты
ПК(У)-2	Способность самостоятельно выполнять физико-технические научные исследования для оптимизации параметров объектов и процессов с использованием стандартных и специально разработанных инструментальных и программных средств
ПК(У)-3	Готовность осваивать и применять современные физико-математические методы для решения профессиональных задач в области технической физики, составлять практические рекомендации по использованию полученных результатов
ПК(У)-4	Способность представлять результаты исследования в формах отчётов, рефератов, публикаций и презентаций
ПК(У)-5	Готовность принимать непосредственное участие в учебной и учебно-методической работе по направлению «Техническая физика», участвовать в разработке программ учебных дисциплин и курсов
ПК(У)-6	Способность проводить учебные занятия, лабораторные работы, обеспечивать практическую и научно-исследовательскую работу обучающихся
ПК(У)-7	Способность применять и разрабатывать новые образовательные технологии
ПК(У)-8	Способность разрабатывать и оптимизировать современные наукоёмкие технологии в областях технической физики, связанных с применением пучковых и плазменных технологий, с учетом экономических и экологических требований
ПК(У)-9	Способность разрабатывать, проводить наладку и испытания, эксплуатировать наукоемкое технологическое и аналитическое оборудование
ПК(У)-10	Готовность решать прикладные инженерно-технические и технико-экономические задачи с помощью пакетов прикладных программ

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки (специальность) 16.04.01 Техническая физика
 Отделение школы (НОЦ) Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
ОДМ91	Клименко Ольга Ивановна

Тема работы:

Травление углеродных пленок с помощью индуктивно-связанного источника плазмы

Утверждена приказом директора (дата, номер)

05.02.2021 №36-83/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:
--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

Объектом исследования служит сталь 40х13, а предметом исследования являются структурные и функциональные свойства данной стали.

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов

(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).

Анализ литературных источников по методам азотирования и влияния параметров процессов азотирования на структурные и функциональные свойства сталей; исследование полученных образцов до и после азотирования; анализ структурных и функциональных свойств азотированных образцов; раздел «Финансовый менеджмент,

	ресурсоэффективность и ресурсосбережение»; раздел «Социальная ответственность».
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Титульный лист. 2. Abstract. 3. Актуальность работы. 4. Требования к технологии. 5. Цель работы. 6. Экспериментальное оборудование. 7. Параметры азотирования. 8. Кристаллическая структура образцов. 9. Микроструктура образцов. 10. Шероховатость поверхности. 11. Твердость образцов по глубине. 12. Износостойкость образцов. 13. Коррозионная стойкость образцов. 15. Научное положение. 17. Заключение.

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
«Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	Трубченко Татьяна Григорьевна
«Социальная ответственность»	Антоневич Ольга Алексеевна
«Раздел на английском языке»	Зеремская Юлия Александровна

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

1. Азотирование сталей: описание процесса и методов азотирования
2. Ионно-плазменное азотирование
3. Высокочастотное азотирование

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

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент НОЦ Б. П. Вейнберга	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Клименко О.И.		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСООБЪЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа		ФИО	
ОДМ91		Клименко Ольга Ивановна	
Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	НОЦ Б.П. Вейнберга
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	16.04.01 Техническая физика

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Примерный бюджет проекта – 225240,3тыс руб.; В реализации проекта задействованы два человека: руководитель, инженер
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Накладные расходы 10%; Районный коэффициент 30% Минимальный размер оплаты труда (на 01.01.2021) 12792 руб.
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды 30 %

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	Описание потенциальных потребителей, анализ конкурентных технических решений, SWOT-анализ
2. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок
3. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	Оценка сравнительной эффективности исследования. Интегральный показатель ресурсоэффективности – 4,73 Интегральный показатель эффективности – 4,73 Сравнительная эффективность проекта – 1

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. «Оценка конкурентоспособности НТИ
2. Матрица SWOT
3. График проведения и бюджет НТИ
4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НТИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Трубченко Т.Г.	Канд.экон.наук, доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Клименко О.И.		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
ОДМ91	Клименко Ольга Ивановна

Школа		Отделение (НОЦ)	НОЦ им. Б.П. Вейнберга
Уровень образования	Магистратура	Направление	16.04.01 Техническая физика

Тема ВКР:

Азотирование стали 40x13 в плазме высокочастотного	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	<p>Объект исследования: образцы из стали 40x13</p> <p>Методика: азотирование образцов в высокочастотной плазме</p> <p>Место проведения исследований: НОЦ Б.П. Вейнберга, лаборатория 101</p> <p>Рабочая зона: экспериментальная ионно-плазменная установка</p> <p>Область применения: металлургия</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ Оборудование производственное. Общие эргономические требования. – ГОСТ Р ИСО 6385-2016. Эргономика. Применение эргономических принципов при проектировании производственных систем.
<p>2. Производственная безопасность:</p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>Вредные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – Недостаточная освещенность рабочей зоны; – Повышенный уровень шума; – Отклонение показателей микроклимата; – Фактор, обладающий свойствами химического воздействия на организм. <p>Опасные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека.
3. Экологическая безопасность:	Атмосфера:

	- Выброс отработанного газа
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные ЧС: – возникновение пожара, под которым понимается вышедший из-под контроля процесс горения

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Антоневич О. А.	к.б.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Клименко О.И.		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа: 127 с., 48 рис., 28 табл., 81 источника, 1 приложение на английском языке.

Ключевые слова: азотирование, индуктивно – связанный источник, аргон –азот– водородная среда.

Объектом исследования является сталь 40х13.

Цель работы – получение данных о влиянии потенциала смещения на структурные и функциональные свойства стали 40х13 при высокочастотном азотировании.

В процессе исследования были получены данные о структурных и функциональных свойствах стали 40х13 после процесса высокочастотного азотирования в Ar+N₂+H₂ среде, выявлено влияние потенциала смещения на свойства стали.

В результате работы показано, что в смеси аргона, азота и провести высокочастотное плазменное азотирование с получением глубокой диффузионной зоны. Проведено исследование кристаллической структуры в зависимости от амплитуды потенциала смещения. Исследовано влияние потенциала смещения на шероховатость поверхности, микроструктуру образцов. Оценена износостойкость покрытий. Определенно влияние амплитуды потенциала смещения на коррозионную стойкость образцов из стали 40х13.

Область применения: технологии упрочнения поверхности металлических материалов.

Содержание

Введение.....	13
Раздел 1. Азотирование.....	15
1.1 Азотирование сталей: описание процесса и методы азотирования.....	15
1.3 Высокочастотное азотирование	24
1.4 Влияние параметров ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей.....	26
1.4.1 Влияние температуры ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей	26
1.4.2 Влияние времени ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей	33
1.3.3 Влияние состава смеси газов на структурные и функциональные свойства сталей	34
1.4.4 Влияние рабочего давления при азотировании на структурные и функциональные свойства сталей.....	35
1.3.5 Влияние величины потенциала смещения на изделия на структурные и функциональные свойства сталей	37
Раздел 2. Экспериментальные методы и оборудование.....	40
2.1 Лабораторная установка	40
2.2 Индуктивно-связанный источник плазмы РПГ-128.....	42
2.3 Методика пробоподготовки подложек.....	43
2.4 Метод анализа морфологии поверхности	44
2.5 Анализ кристаллической структуры образцов	45
2.6 Изучение микроструктуры поверхности.....	48
2.7 Изучение микротвёрдости образцов.....	49
2.6 Исследование износостойкости образцов.....	50
2.8 Определение коррозионной стойкости	51
3 Экспериментальная часть.....	53
3.1 Режимы азотирования образцов.....	53
3.2 Исследование кристаллической структуры	54
3.3 Микроструктура поверхности	57
3.4 Шероховатость поверхности	60
3.5 Исследование твердости образцов по глубине.....	62
3.5 Изучение износостойкости.....	63
3.6 Коррозионная стойкость.....	64
Заключение	69

Раздел 4. Финансовый менеджмент, ресурсосбережение и ресурсоэффективность	70
Введение	70
4.1. Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	70
4.1.1. Потенциальные потребители результатов исследования.....	70
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений	71
4.2 SWOT-анализ.....	72
4.3 Планирование научно-исследовательских работ	73
4.3.1 Структура работ в рамках научного исследования	73
4.3.2 Определение трудоемкости выполнения работ	73
4.3.3 Разработка графика проведения исследования	74
4.4 Бюджет научно-технического исследования.....	77
4.4.1 Расчет материальных затрат НТИ	77
4.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ	78
4.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы.....	79
4.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы	81
4.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)	81
4.4.6 Накладные расходы.....	82
4.4.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.....	82
4.5 Определение ресурсной (ресурсосберегающей) эффективности исследования	83
4.5.1 Интегральный показатель ресурсоэффективности	83
4.5.2 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки.....	84
Выводы по разделу «Финансовый менеджмент, ресурсосбережение и ресурсоэффективность»	86
Раздел 5 Социальная ответственность	87
Введение.....	87
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	88
5.1.1 Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства	88
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя.....	88
5.2 Производственная безопасность.....	90
5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов	91
5.3 Экологическая безопасность	99
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	100
Выводы по Разделу 5 Социальная ответственность	103
Список литературы	104

Приложение А 111

Введение

Современная промышленность сталкивается с такими проблемами, как преждевременный износ деталей и инструментов. Это исходит из того, что большинство технологических процессов связано с увеличением нагрузок, температур, агрессивных сред, в которых работают технологические изделия. Следовательно, материалы, используемые для производства конечных изделий, должны обладать определённым сочетанием функциональных свойств, например, таких как износостойкость и коррозионная стойкость.

В настоящее время накоплен большой опыт по применению различных методов химико–термической обработки материалов, когда поверхностные слои металлов и/или сплавов подвергают диффузионному насыщению элементами внедрения, в результате которого на поверхности изделия образуется новый слой. Изменение химического состава поверхностных слоёв достигается в результате их взаимодействия с окружающей средой (твёрдой, жидкой, газообразной, плазменной), в которой обычно осуществляется нагрев. В результате изменения химического состава поверхностного слоя изменяются его фазовый состав и микроструктура, что, в свою очередь, вызывает изменение функциональных свойств модифицированного материала. Один из наиболее эффективных инструментов для изменения свойств поверхности – азотирование.

В общем смысле азотированием называют процесс химико-термической обработки материалов, заключающийся в насыщении поверхностного слоя азотом, с целью повышения твёрдости, износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости изделий [1]. В настоящее время уже разработано большое число методов азотирования, используется газовое азотирование, азотирование в растворах, широко востребовано ионно-плазменное азотирование. Для технологического применения большой интерес вызывает ионно-плазменное азотирование, которое осуществляется в разряженной среде. Несмотря на то, что оно требует использование вакуумных систем, ионно-плазменное азотирование может быть реализовано при меньшей температуре, обладает достаточно высокой повторяемостью и стабильностью, что крайне важно при производстве конечных изделий. Тем не менее, значимой проблемой азотирования является изменение морфологии поверхности изделий, которое может быть вызвано как изменением кристаллической структуры азотируемой поверхности, так и её эрозией в результате воздействия пучков ионов или плазмы. Ввиду этого, обычно после азотирования выполняется дополнительная механическая обработка поверхности (шлифовка и полировка) [2]. Изменение морфологии поверхности при азотировании существенно ограничивает возможность реализации дулексной технологии обработки материалов [3],

которая включает в себя азотирование поверхности и последующее осаждение функционального покрытия в вакууме, используя физические методы осаждения.

Дуплексная обработка обычно применяется для улучшения адгезии и механических свойства покрытий ввиду упрочнения основы (материала) в результате азотирования. Ввиду этого большой практический интерес вызывает разработка технологии азотирования в вакууме, которая оказывает минимальное влияние на морфологию поверхности. Для решения рассматриваемой проблемы может быть эффективно применение азотирования в высокочастотном разряде при использовании низких значений потенциала смещения на изделии. Как влияет потенциал смещения на структурные характеристики, морфологию и функциональные свойства металлов/сплавов изучено недостаточно, поэтому требуется выполнить исследования такого рода на примере одного из широко используемых для азотирования материала, например, стали 40х13.

Цель работы - получение данных о влиянии потенциала смещения на структурные и функциональные свойства стали 40х13 при высокочастотном азотировании.

Задачи:

- выбор режимов азотирования стали 40х13 в плазме высокочастотного разряда;
- изучение структуры стали 40х13;
- определение функциональных свойств стали 40х13;
- анализ полученных результатов.

Объект исследования: сталь 40х13.

Предмет исследования: структурные и функциональные свойства стали 40х13.

Методы исследования: анализ литературы по теме исследования, изучение кристаллической структуры, микроструктуры, морфологии поверхности, твердости, износостойкости и коррозионной стойкости, обобщение и анализ, сравнение.

Раздел 1. Азотирование

Азотирование обеспечивает высокую твердость поверхности, хорошую износостойкость, повышенную усталостную прочность и ударную вязкость. В настоящее время в технологии азотирования существует ряд факторов управления данным процессом, изменение которых позволяет регулировать структурное состояние поверхностного слоя, а, следовательно, и качества поверхности и функциональных свойств сталей.

Целью данного раздела является краткий обзор научной литературы, посвященной процессам азотирования, а также параметрам азотирования для выбора оптимальных режимов азотирования.

1.1 Азотирование сталей: описание процесса и методы азотирования

Азота достаточно много на Земле, однако в природе он существует в виде двухатомной молекулы, химически инертной и слишком большой, чтобы проникнуть вглубь материала. Поэтому технологии азотирования сосредоточены на источнике зарождающегося (атомарного) азота. Азотирование – это процесс диффузии атомов азота вглубь различных металлов и/или сплавов. Насыщение поверхности азотом может значительно усовершенствовать различные важные характеристики. Например, такие как прочность, твердость, износостойкость, сопротивление усталости и коррозионной стойкости. Состав и строение материалов, используемых для азотирования, могут влиять на способность данного материала изменять свои свойства под действием процесса азотирования. На равномерность азотирования и рост нитридной зоны в основном влияет чистота поверхности исходного изделия, то есть её морфология после механической или иной обработки.

Процессы азотирования классифицируют по:

- агрегатному состоянию среды: в газах, жидких и твердых (в пастах или порошках) средах;
- температуре процесса: 400–600 °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 цианидцианатных солей, газовые азото–водородные смеси с добавлением аргона, кислорода и углеродосодержащих газов;

- давлению в камере: при азотировании можно использовать пониженное и повышенное давление, а также давление может быть импульсным;
- способу подвода энергии: нагрев за счет конвекции, излучения, низкотемпературной плазмы, индукционного или лазерного воздействия;
- типу технологического оборудования: тигельные, шахтные, камерные, вакуумные печи;
- структуре получаемых диффузионных слоев на поверхности стали: азотирование с получением композиционного слоя, содержащего области нитридов и твёрдого раствора, азотирование с получением только области твёрдого раствора без нитридного слоя на поверхности.

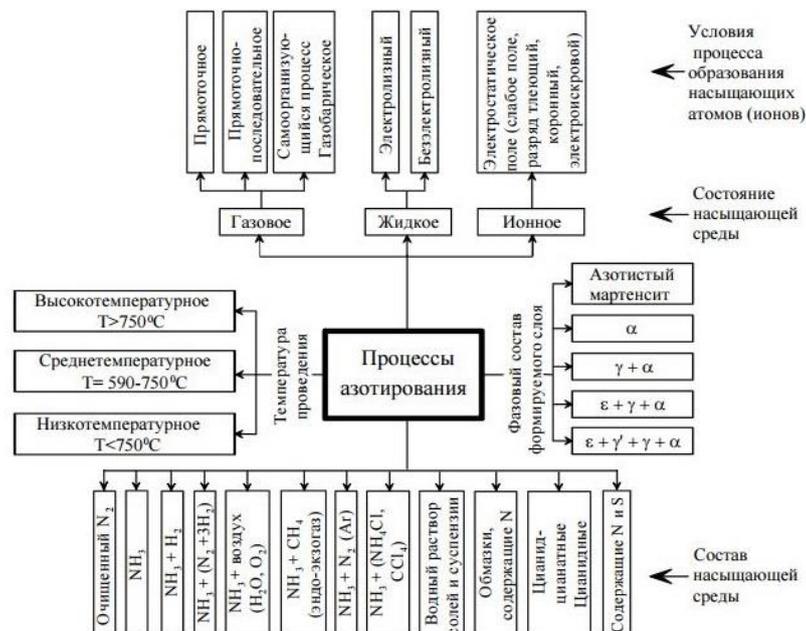


Рисунок 1.1 – Классификация методов азотирования [4].

В промышленном масштабе широко распространены три традиционных метода азотирования:

- азотирование в соляной ванне (жидкая среда) – это термохимический процесс, при котором азот диффундирует в поверхность материала. Источником азота является расплавленная соль. Соляные ванны представляют опасность для окружающей среды. Основным преимуществом данной технологии процесса является быстрый нагрев заготовки. В исследовании [5] при азотировании стали AISI 310 (образцы предварительно были аустенизированы) была достигнута существенно большая твёрдость 835 HV по сравнению с исходным материалом, имеющим 350 HV. Была значительно улучшена износостойкость материала;

- газовое азотирование с использованием аммиака (NH_3). Материал размещают в нагревательной печи, запускают аммиак и нагревают до заданной температуры. Аммиак частично распадается на атомарный азот и водород. Образующийся азот диффундирует в решётку с образованием нитридов металлов. В работе [6] проводилось газовое азотирование стали AISI 310. После проведения азотирования износостойкость материала улучшилась, а также увеличилась твёрдость от 350 до 1187 HV.
- плазменное (ионно-плазменное) азотирование, при котором молекулярный азот (N_2) диссоциирует на ионы в электромагнитном или электростатическом полях. Изменение приповерхностного слоя азотируемого образца происходит по причине поступления на поверхность азота в виде атомов и бомбардировки ионами азота из плазмы газового разряда, имплантации его атомов через эту поверхность и дальнейшей диффузией вглубь детали. Ионно–плазменное азотирование реализуется в газовой среде пониженного давления при возбуждении электрических разрядов в рабочей камере под действием электрического поля между электродами. В качестве одного из электродов используются объекты модификации – поверхности обрабатываемых (насыщаемых) деталей.

1.2 Ионно-плазменное азотирование

Ионно-плазменное азотирование по сравнению с другими методами имеет следующие преимущества:

- высокую скорость насыщения поверхности азотом;
- получение диффузионных слоёв заданного фазового состава, 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 изделий 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.

Главным минусом ионно-плазменного азотирования является то, что данный процесс требует высокого энергопотребления, так как при высоком давлении необходимо подавать высокое напряжение горения. Так же существенным минусом является то, что при высоком давлении заряженные частицы теряют свою скорость, и соответственно, кинетическую энергию, после многократных столкновений в плазме и не удаленными из камеры частицами газа. После этого заряженным частицам не достаточно энергии для того, чтобы удалить оксидный слой с поверхности материала. Именно оксидный слой препятствует проникновению ионов азота в образец. Как правило, для осуществления восстановительных реакций в вакуумную камеру дополнительно вводят водород, концентрация которого составляет обычно более 5% от общего потока газов в рабочую камеру.

В общем виде из цикла азотирования можно выделить три основных стадии:

- в области плазмы будет происходить диссоциация и ионизация азота;
- адсорбция и абсорбция атомов азота на поверхности изделия;
- процесс диффузии полученных ионов, молекул и атомов азота в материал.

На рисунке 1.2 схематично представлен механизм ионно-плазменного азотирования.

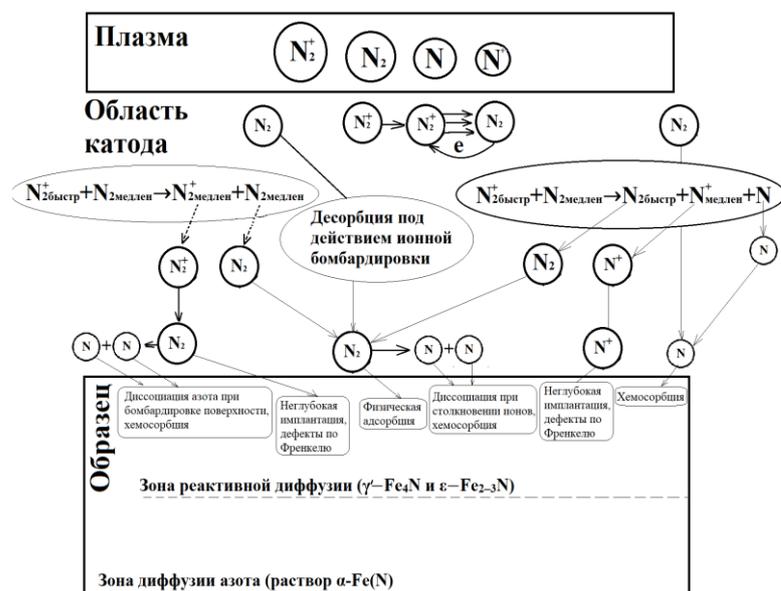


Рисунок 1.2– Схематичное представление механизма плазменного азотирования [7].

Азот, попадая в область газового разряда, диссоциирует с последующей ионизацией. Образовавшиеся ионы азота сталкиваются с поверхностью изделия, количество таких ионов и их энергию можно регулировать давлением в системе, мощностью источника плазмы и величиной потенциала смещения. Ионная бомбардировка изделий в среде атомарного азота

вызывает их нагрев и, соответственно, диффузию азота вглубь материала. Дефекты, формирующиеся на поверхности изделий, дополнительно ускоряют процесс диффузии.

При насыщении азотом поверхности изделий образуются диффузионные слои. Они состоят из поверхностной зоны химического соединения, так называемого «белого слоя» (в некоторой литературе также имеется обозначение - составная зона) и диффузионного слоя (зоны внутреннего азотирования). Толщина верхнего слоя сильно зависит от химического состава материала изделия. Белый слой в основном состоит из смеси двух нитридов железа: γ' -Fe₄N и ϵ -Fe₂₋₃N. На поверхности, где содержание азота выше, образование ϵ -Fe₂₋₃N ускоряется. Однако с увеличением расстояния от поверхности к середине образца фаза ϵ -Fe₂₋₃N заменяется на γ' -Fe₄N, и её количество постепенно уменьшается. Белый слой будет создавать поверхность с хорошими характеристиками износа, но обычно не обладает высокой ударной вязкостью. Присутствие γ' -Fe₄N может улучшить ударную вязкость поверхности. Белый слой достаточно хрупкий, поэтому увеличение его толщины при азотировании крайне нежелательно, он склонен к растрескиванию. Диффузионный слой, который образуется под белым слоем, в основном состоит из нитридов легирующих элементов. В отличие от белого слоя, диффузионный слой играет решающую роль в повышении твердости и усталостной прочности образца. Повышенная твердость азотированных сталей является результатом присутствия и распределения нитридов легирующих элементов. Другими словами, с образованием слоя соединения азот диффундирует внутрь и соединяется с легированными элементами с образованием нитридных соединений. Формирование этих нитридов на границах зерен в определенных кристаллографических плоскостях приводит к увеличению твердости диффузионного слоя. Наличие нитридообразующих легированных элементов необходимо для высокой эффективности азотирования. Элементами, которые образуют стабильные нитриды, являются Al, Cr, V, W и Mo. Также существует важное ограничение в отношении количества углерода в стали, которое не должно превышать 0,5 масс. %. Это связано с увеличением возможности легирующих элементов образовывать карбиды и снижением вероятности образования нитридов. Диффузионный слой в основном будет содержать твердые растворы с исходной микроструктурой (α -Fe, γ -Fe). Многослойные диффузионные слои могут иметь толщину от нескольких единиц до десятков микрометров. Для понимания изменения структурных и физических свойств образца при проведении азотирования, следует подробнее рассмотреть основные фазы, образующиеся на поверхности и в приповерхностном слое:

- α -фаза представляет собой азотистый феррит с объёмно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой с периодами, зависящими от концентрации азота, от 0,286 до 0,287 нм.

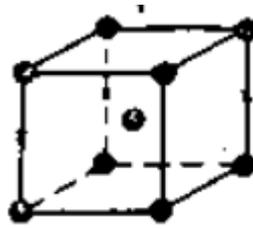


Рисунок 1.3 – Элементная ячейка α -фазы железа [4].

Растворимость азота в α -фазе Fe при эвтектоидной температуре не превышает 0,11 масс.%, снижаясь при комнатной температуре до 0,004 масс.%;

- γ -фаза (азотистый аустенит) имеет гранцентрированную кубическую (ГЦК) решётку с неупорядоченным расположением атомов в междоузлиях.

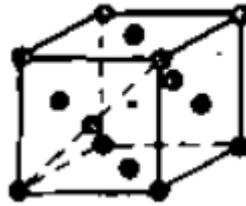


Рисунок 1.4 – Элементная ячейка γ -фазы железа [4].

Периоды решетки зависят от концентрации азота и составляет от 0,361 до 0,366 нм. Максимальная растворимость азота в решётке γ -фазе 2,8 масс.%. При температуре 590°C γ -фаза распадается на α - и γ' - фазы

- γ' -фаза соответствует твёрдому раствору на базе нитрида Fe₄N. Зона гомогенности лежит в пределах от 5,3 до 5,73 масс. % азота. Кристаллическая γ' -фаза имеет ГЦК-решетку из атомов железа с упорядоченным расположением атомов азота в центрах элементарных кубов.

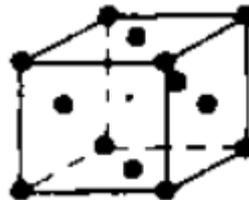


Рисунок 1.5 – Элементная ячейка γ' - фазы [4].

Эта фаза устойчива только до 670 °С, при более высокой температуре она превращается в ϵ -фазу;

- ϵ -фаза соответствует твёрдому раствору на основе нитрида $Fe_{2-3}N$. Зона гомогенности этой фазы лежит в широких пределах от 4,55 до 11 масс.% азота. Основой кристаллического строения является плотная гексогональная упаковка атомов железа.

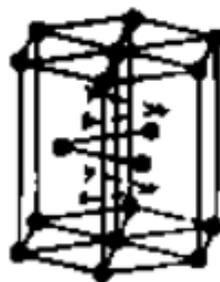


Рисунок 1.6 – Элементарная ячейка ϵ -фазы [4].

При температуре $650^{\circ}C$ распадается на γ - и γ' -фазы. Содержание азота в эвтектоиде 4,5 масс.%. Следует отметить, что ϵ -фаза является ферромагнитной.

α -, γ' -, ϵ - фазы и продукты их распада обладают невысокой твёрдостью (от 100 до 300 HV). ϵ -фаза имеет повышенную сопротивляемость износу и высокую стойкость против коррозии в атмосфере и пресной воде. Высокой твердостью будут обладать фазы α_N -Fe и γ_N -Fe.

На рисунках 1.7 и 1.8 продемонстрированы поперечные сечения образцов после азотирования.



Рисунок 1.7 – Схема поперечного шлифа образца из стали после азотирования [7].

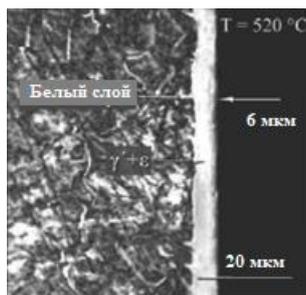


Рисунок 1.8 – Оптическая фотография поперечного шлифа образца из стали 30CrNiMo8 после азотирования в течении 5 часов в смеси газов $N_2(75\%)$ и $H_2(25\%)$ при $550^{\circ}C$ [1].

Показателями, которые характеризуют диффузионный слой, являются:

- поверхностная твёрдость;
- распределение твёрдости по толщине нитридной зоны и зоны внутреннего азотирования;
- градиент изменения твёрдости на единицу толщины слоя;
- эффективная толщина слоя – часть общей толщины диффузионного слоя, определяемая кратчайшим расстоянием от поверхности насыщения до мерного участка, характеризуемого установленным предельным номинальным значением базового параметра [27].

На рисунке 1.9 представлена типичная схема установки для плазменного азотирования в тлеющем разряде.

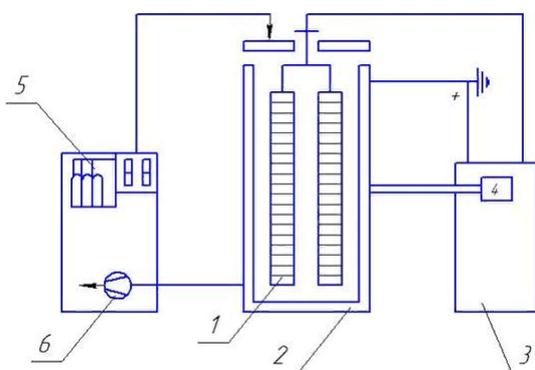


Рисунок 1.9 – Схема установки для плазменного азотирования в тлеющем разряде:

1–деталь, 2–вакуумный контейнер, 3–блок электропитания, 4–прибор регулирования температуры, 5–газовая грелка, 6– вакуумный насос [8].

В разреженном пространстве между катодом (деталью) и анодом (вакуумный контейнер) возбуждается тлеющий разряд в среде газа. В качестве насыщающей атмосферы используют аммиак из баллонов, смесь азота с водородом или тщательно очищенный от кислорода азот. При возбуждении тлеющего разряда к поверхности детали устремляется поток положительно заряженных ионов азота. При ударах ионов о поверхность изделий выделяется тепло, за счет чего происходит разогрев деталей. Низкое давление обеспечивает однородную плотность тока по всей детали.

За счет бомбардирующего действия ионов насыщение поверхности азотом в тлеющем разряде осуществляется в разы интенсивнее по сравнению с газовым азотированием. Повышение температуры бомбардируемой поверхности происходит в результате воздействия на неё положительно заряженными ионами. Таким образом, нет необходимости в применении специальных технических узлов, служащих для дополнительного нагрева деталей. Также к

параметрам, влияющим на процесс насыщения, оказывающих воздействие на структуру и свойства азотируемых сталей можно быть отнести: температуру изделия, продолжительность насыщения, состав азотсодержащей среды и др. Путем контролирования и изменения этих параметров процесса азотирования можно оптимизировать структуру и свойства нитридной и диффузионной зон.

При помощи ионно-плазменного азотирования можно получить:

- диффузионную зоны с развитым нитридным слоем, обеспечивающим высокую сопротивляемость коррозии и прирабатываемость трущихся поверхностей – для деталей, работающих на износ;
- диффузионные зоны без нитридного слоя – для режущего, штампового инструмента или деталей, работающих при высоких давлениях со знакопеременными нагрузками.

При помощи ионно-плазменного азотирования улучшают следующие свойства обрабатываемых материалов:

- твёрдость;
- износостойкость;
- усталостную выносливость;
- трибологические свойства;
- теплостойкость;
- коррозионную стойкость.

Для того, чтобы активировать рабочий газ посредством плазмы используют микроволновую плазму, высокочастотный, дуговой и тлеющий разряды, мощные ионные пучки. Ни один из них не может претендовать на особую исключительность, право преимущественного или универсального применения. Однако, следует отметить, что использование высокочастотного разряда в плазме позволяет получать достаточно плотную плазму (плотность плазмы от 10^{11} до 10^{12} см⁻³), разброс ионов по энергиям (Δe_i менее 5 эВ), относительно низкое рабочее давление (от 10^{-2} до 10^{-1} Па) и низкую энергетическую цену иона (от 30 до 80 эВ/ион) [9]). Обработка в плотной азотной плазме может усиливать диффузию азота в объем стальной детали в связи с:

- повышением температуры поверхности детали в следствии ионной бомбардировки;
- образовании дефектов в кристаллической решетке, которые в свою очередь создают дополнительные пути для диффузии азота вглубь детали.

За счет этого можно повысить скорость азотирования (отношение толщины азотированного слоя к времени азотирования). Поэтому отдельно стоит описать азотирование в высокочастотном (ВЧ) разряде.

1.3 Высокочастотное азотирование

Азотирование с помощью ВЧ-генератора позволяет не повышать температуру азотирования. Данный фактор особенно важен при азотировании деталей из нержавеющей стали. Так как при процессе азотирования, легирующие примеси, в частности хром, который вводят для повышения антикоррозионных свойств, могут вступить в химическую реакцию, образуя преципитаты (образование твердой фазы (осадка) в растворе) нитрида хрома. В результате подобных химических реакций, концентрация хрома в стали будет уменьшаться, это может привести к потере коррозионных свойств деталей. Во избежание таких ситуаций азотирование проводят при низких температурах (ниже 500°C), как например в работе [10]. На рентгенограммах в данном исследовании действительно можно наблюдать, что при низкотемпературном азотировании не образуется нитрид хрома, в отличие от плазменного азотирования при 530°C .

Для повышения интенсивности имплантации ионов азота и их диффузии в нержавеющую сталь ранее было предложено использовать источники индуктивно-связанной плазмы (ICP). Индуктивно-связанный источник плазмы (ICP) – это тип источника плазмы, в котором энергия передается за счет электрических токов, которые создаются электромагнитной индукцией, то есть изменяющимися во времени магнитными полями.

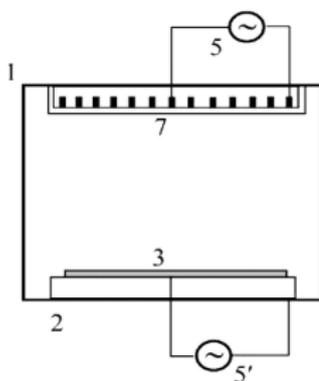


Рисунок 1.10 – Индуктивный плазменный реактор [1].

Электрическое поле обычно возбуждается как поле индукции, возбуждаемое антенной в виде плоской или цилиндрической катушки индуктивности. К антенне подводится ВЧ-мощность от генератора (поз. 5). Подложка (поз. 3) размещается на подложкодержателе (поз. 2), представляющем собой плоский электрод. Для независимого управления энергией

ионов, бомбардирующих подложку, к 2 подводится напряжение смещение от дополнительного источника питания 5', частота которого может не совпадать с частотой основного генератора.

В последнее время были предложены новые конструкции источников ИСР для улучшения реакторов плазменной обработки, включая ИСР, усиленные ферромагнитным сердечником, и источником ИСР с несколькими антеннами для равномерного распространения плазмы по большой площади обработки. Эти источники позволяют создавать плазму высокой плотности (до 10^{12} см⁻³) в больших объёмах. Безэлектродная природа разряда гарантирует низкое содержание примесей в плазме и позволяет легче контролировать мощность разряда и энергию ионов, падающих на обрабатываемую подложку.

Однако следует отметить, что из-за высокой энергии связи молекулярного азота трудно достичь его высокой диссоциации. Одним из действенных способов увеличения диссоциации N₂ является введение другого газа, такого как Ar или H₂ [11]. В исследовании [12] было сопоставлено влияние газов Ar и O₂ на различные особенности плазменного разряда и процесса диссоциации N₂. И было выявлено, что для получения большего количества активных частиц из молекулярного азота в плазме постоянного тока газовая смесь Ar/N₂ является более подходящей, чем смесь O₂/N₂.

Как упоминалось ранее Вч плазменное азотирование имеет ряд преимуществ по сравнению с другими методами азотирования, а именно более короткое время обработки (минуты вместо часов) и улучшенные механические свойства (твердость поверхности может быть увеличена, в некоторых случаях, до девяти раз) [13], [14]. Конфигураций установок для осуществления высокочастотного плазменного азотирования на данный момент множество. Одна из конфигураций таких установок представлена на рисунке 1.11.

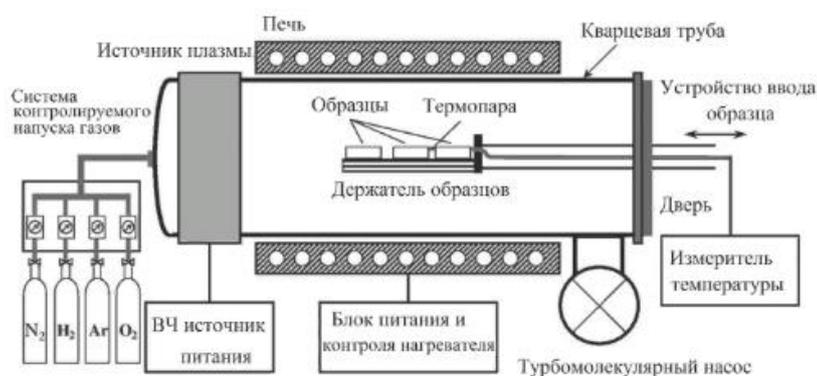


Рисунок 1.11 – Схема установки для ВЧ плазменного азотирования [1].

Образцы устанавливаются в кварцевую трубу, куда напускают потоки газов, которые создают рабочее давление. Плазма возбуждается ВЧ источником. Нагрев образца осуществляется извне (например, с помощью тэнов), необходимо поддерживать температуру,

при которой будет происходить процесс азотирования, несвязанную с плазмой. Для того, чтобы исключить распыление образцов, а также компонентов вакуумной системы образцы должны находиться под плавающим потенциалом [1].

К преимуществам азотирования при использовании ВЧ-генератора плазмы можно отнести:

- управление энергией ионов, бомбардирующих обрабатываемое изделие, во время процесса азотирования, независимо от генерации плазмы путем подведения к нему источника напряжения смещения;
- возможность осуществления низкотемпературного азотирования, при этом сокращая длительность азотирования;
- создание плотной азотной плазмы, которая в свою очередь усиливает диффузию азота вглубь детали;
- работа при сравнительно низких давлениях. Сведение к минимуму возможности распыления элементов арматуры внутрикамерных устройств;
- возможна обработка изделий большой площади и объёмных деталей.

К основным недостаткам метода относится:

- повышение первоначальной стоимости оборудования;
- толщина азотированного слоя не всегда является равномерной.

Учитывая большое число параметров системы при ионно-плазменном азотировании необходимо сделать анализ влияния этих параметров на структурные и функциональные свойства изделий в результате азотирования. Рассмотрим этот вопрос далее.

1.4 Влияние параметров ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей

Свойства азотированного слоя напрямую связаны с фазами, образующимися во время обработки, которые, в свою очередь, сильно зависят от параметров, используемых при плазменном азотировании (газовая смесь, давление, температура и время). Одной из основных целей при исследовании процесса ионно-плазменного азотирования является поиск наилучшего сочетания технологических параметров для оптимизации свойств азотированного слоя.

1.4.1 Влияние температуры ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей

Азотирование является процессом диффузии азота в деталь. После проникновения ионов азота в образец, распространение азота по объёму образца происходит под действием термически активированной диффузии. Второй закон Фика и предположение о постоянстве концентрации азота на поверхности образца во время азотирования гласит:

$$x^2/D \cdot t = k_1, \quad (1.1)$$

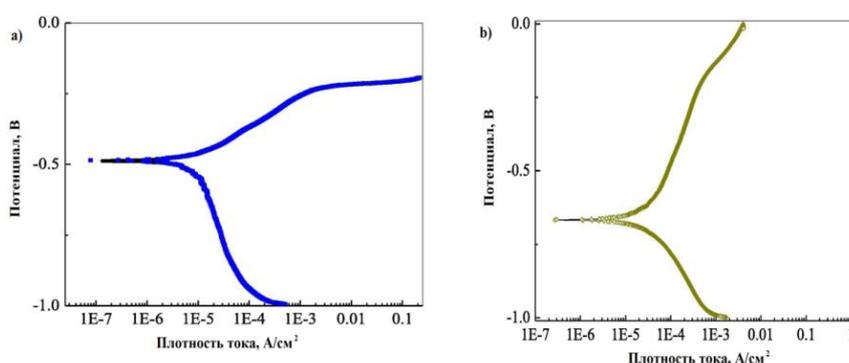
где k_1 – постоянная, зависящая от концентрации азота, обычно равная 2.

Считая, что

$$D = D_0 \cdot \exp(-E_a/k \cdot T) \quad (1.2)$$

где D_0 – коэффициент диффузии, когда T стремится к бесконечности; E_a – энергия активации диффузионного процесса; T – температура азотирования [1].

Отсюда следует вывод, что при увеличении температуры будет увеличиваться скорость азотирования и глубина проникновения азота вглубь образца. Исследование влияния температуры азотирования на свойства стали является довольно изученным вопросом. Так, в работе [15] исследовалось влияние плазменного азотирования на коррозионную стойкость Cr–Mo–V стали (низколегированная сталь, обладающая хорошими механическими свойствами; используется для производства режущих/ обрабатывающих инструментов). Азотирование было проведено при температурах 450 и 520°C в течение 10 часов в плазме смеси $N_2(80\%)$ и $H_2(20\%)$. Рабочее давление было около 500 Па. Для оценки свойств коррозионной стойкости были проведены измерения электрического потенциала при поляризации образцов в 3,5% растворе NaCl. Диаграммы поляризации для не азотированной и азотированной (при различных температурах) сталей представлены на рисунке 1.12.



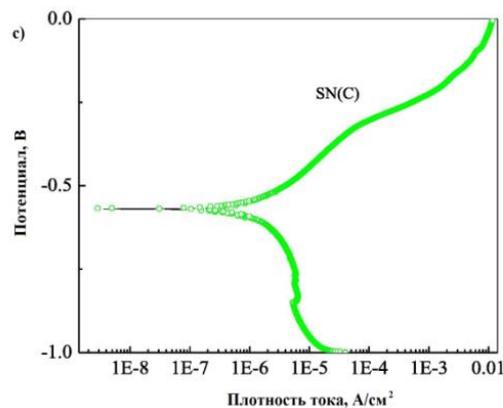


Рисунок 1.12 – Зависимость потенциала от линейной плотности тока для (а) не азотированной стали; стали, азотированной в течение 10 ч при: (b) 450°С и (c) 520°С в 3,5% растворе электролита NaCl [15].

Сравнивая кривые а и б можно сделать вывод, что в азотированной стали при 450°С коррозия происходит раньше, чем у не азотированной стали. Причиной этого может быть неоднородность поверхности из-за дисперсии нитридных осадков. Так как была модифицирована поверхность путем получения нитридов железа γ' (Fe_4N) и ϵ -нитридов (Fe_{2-3}N), что подтверждает рентгеноструктурный анализ, представленный в данном исследовании. Более того, более широкая зона пассивации (явление, при котором происходит замедление коррозионных процессов с увеличением потенциала, в связи с образованием тонких поверхностных слоев, препятствующих коррозии) в этом состоянии азотирования является показателем того, что стойкость к растворению лучше, чем та, которую демонстрирует не азотированная сталь. Это может быть связано с выделением азота из твёрдого раствора, что увеличивает щелочность электролита и, следовательно, снижает кинетику коррозии изделия. У стали, азотированной при температуре 520 °С в течение той же продолжительности, коррозионная стойкость оказалась намного лучше, чем у стали модифицированной при низкотемпературном азотировании.

В [16] целью работы являлось исследование влияния азотирования на аустенитную нержавеющую сталь AISI 316L, которая была изготовлена с использованием добавки, с использованием процесса плавления в лазерном порошковом слое (далее обозначение AM), и дальнейшей обработки раствора при 1060 °С в течение 30 минут (AM+ST). Затем происходил процесс азотирования в низкотемпературной плазме при 430 °С для всех образцов в течении 15 часов. Образцы AM и AM+ST до и после азотирования, а также образцы, изготовленные обычным способом (316L, 316L+N), были подвергнуты испытаниям на износ.

Три параллельных испытания были проведены для всех образцов. Сопротивление износу было построено по объёму износа, который был непосредственно измерен путем анализа следа износа с помощью оптического микроскопа Alicona InfiniteFocus G4 3D.

Результаты исследования износа и коэффициентов трения для различных образцов аустенитной нержавеющей стали представлены на рисунке 1.13.

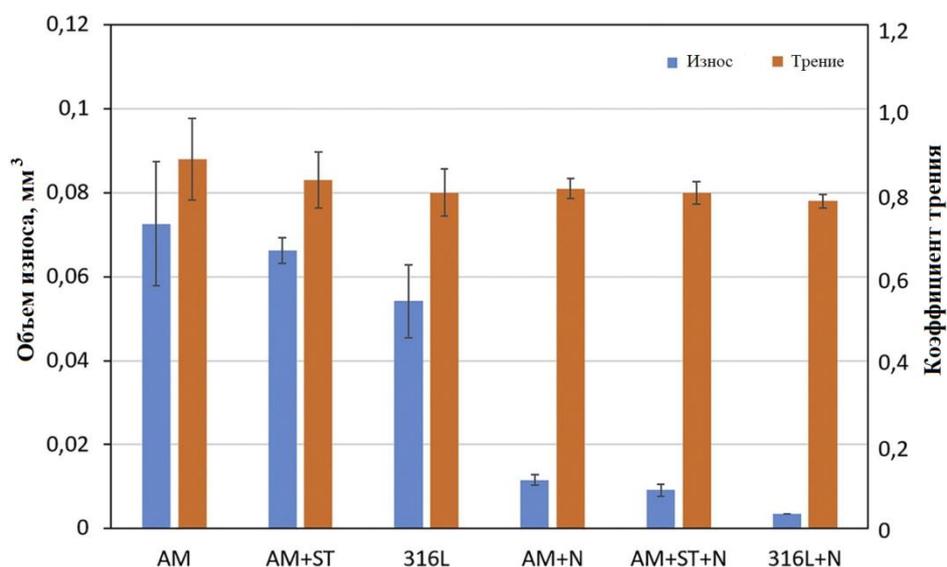


Рисунок 1.13 – Объём износа и коэффициент трения скольжения для различных образцов аустенитной нержавеющей стали [16].

Из измерений ясно, что азотирование улучшает износостойкость и уменьшает трение, а также объем потерянного материала во время испытаний на износ почти на порядок ниже для образцов после азотирования. Однако даже после азотирования обычная нержавеющая сталь 316L демонстрирует гораздо лучшую износостойкость, чем образцы AM, с объемом износа $0,3 \cdot 10^{-2} \text{ мм}^3$ по сравнению с $\sim 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ мм}^3$. Различия в объемах износа всех азотированных образцов показывают, что нитридный слой на образце AM немного менее износостойкий, скорее всего из-за высокой плотности дислокаций, остающихся после азотирования. Однако при анализе глубины слоя азотирования, остающегося после испытания на износ, все образцы показали очень похожие результаты с толщиной, находящейся в диапазоне 7 мкм.

В работе [17] проводились исследования влияния азотирования на микротвердость суперсплава Incoloy 901 (IN-901). Суперсплавы на основе Ni широко используются в аэрокосмической, ядерной технике и газовых турбинах благодаря их превосходной жаропрочности и коррозионной стойкости. Азотирование IN-901 проводилось при 460, 510,

560 и 610°C в течение 20, 40 и 60 ч в среде аммиака (150-200 Па). Твёрдость азотированного слоя по глубине представлена на рисунке 1.14.

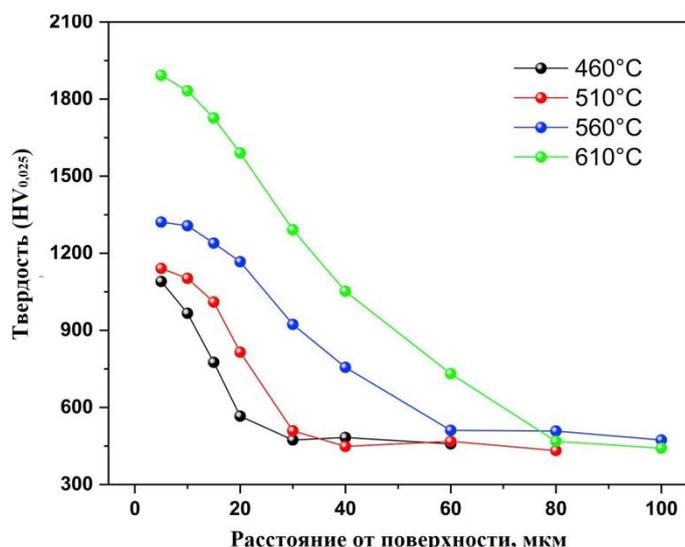


Рисунок 1.14 – Твердость азотированных слоев, полученных при разных температурах в течение 60 часов [17].

Плазменное азотирование значительно улучшило твердость поверхности IN-901. Для азотированных слоев, изготовленных при 460 и 610 °С, наивысшее значение твердости достигло ~ 1090 и 1892 HV соответственно, это в 2–3 раза выше, чем твердость подложки IN-901 (~500 HV). Твердость азотированного слоя зависит от его фазового состава, микроструктуры и толщины и т.д. С помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии было показано, что CrN является основной фазой азотированного слоя, и, следовательно, первичное упрочнение CrN является основным фактором азотирования суперсплавов. Кроме того, упрочнение твердого раствора (что приводит к искажению решетки) и измельчение зерна являются общими факторами, которые вызывают поверхностное упрочнение металлов после плазменного азотирования. Для азотирования при 460 °С в течение 60 ч азотированные слои состояли из небольших объемных фракций CrN и γ -Fe, и матричная фаза (γ -FeNiCr) составляет большую часть. Поэтому увеличение твердости было ограничено. Для азотирования при 610 °С в течение 60 часов расстояние диффузии N в IN-901 увеличивается с увеличением температуры азотирования.

В исследовании [10] проводилось низкотемпературное (LTPN) и обычное плазменное азотирование (CPN) для сравнения влияния полученных азотированных слоев на абразивную износостойкость феррит–мартенситной нержавеющей стали AISI 410S. Низкотемпературное

плазменное азотирование (LTPN) – это обработка поверхности, которая способствует упрочнению поверхности без ущерба для коррозионной стойкости мартенситных нержавеющей сталей. Образцы подвергали азотированию в плазме в течение 20 часов в газовой смеси $N_2(75\%) H_2(25\%)$ при 250 Па. LTPN проводили при 400°C, CPN было проведено при 530°C.

Результаты испытаний на износ показали, что азотирование плазмой в исследуемом диапазоне температур может улучшить износостойкость ферритно-мартенситной нержавеющей стали. Рисунок 1.15 суммирует результаты объема износа. Потери объема изнашивания для азотированных образцов, как низкотемпературной плазмой, так и обычным плазменным азотированием были одинаковыми. На диаграмме видно, что существенные различия между азотированными и не азотированными образцами обнаруживаются на расстоянии 100 м, скорее всего, из-за различий в твердости. Хотя более твердые образцы LTPN не представляют составного слоя, они теряют почти тот же объем износа, который показали образцы CPN, содержащие составной слой, образованный нитридами Fe_3N , Fe_4N и CrN . Соответственно, сходные характеристики износа образцов LTPN и CPN нельзя объяснить наличием составных слоев на поверхности обоих образцов.

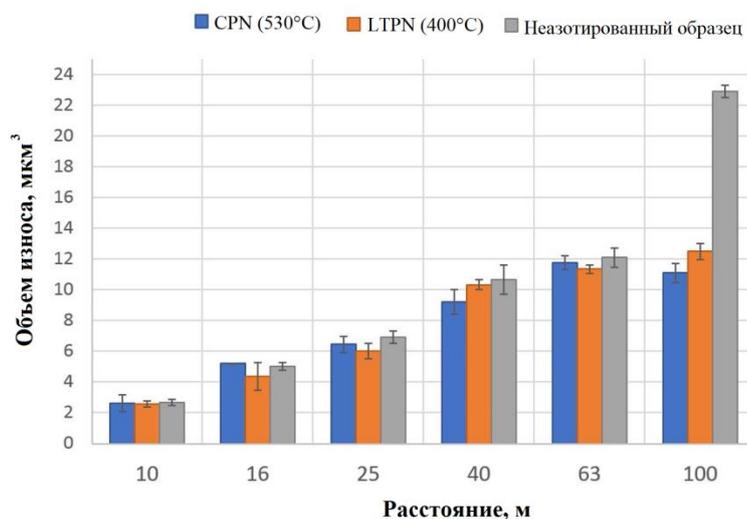


Рисунок 1.15 – Изменение объема износа в зависимости от расстояния [10].

При температуре выше 500 °C в стальных образцах начинает образовываться соединение CrN . Это приводит к повышению эрозионной износостойкости и снижению коррозионной стойкости [18]. Низкотемпературное азотирование можно считать подходящим методом упрочнения покрытия из аустенитной нержавеющей стали, поскольку сообщалось, что низкотемпературное азотирование при температурах ниже 500 °C может улучшить твердость аустенитных нержавеющей сталей за счет образования азотистого аустенита на поверхности образца. Кроме того, коррозионная стойкость низкотемпературных азотированных нержавеющей сталей почти такая же, как у не азотированных нержавеющей сталей.

В данной работе исследуются свойства стали 40х13. Аналог данной стали на зарубежном рынке является сталь AISI 420. В [19] исследовали влияние низкотемпературного плазменного азотирования на износостойкость и коррозионную стойкость мартенситной стали AISI 420. Эксперименты по плазменному азотированию проводились с импульсной плазмой постоянного тока в атмосфере 25% N₂ + 75% H₂ при 350, 450 и 550 °С в течение 15 часов. Рабочее давление было 600 Па.

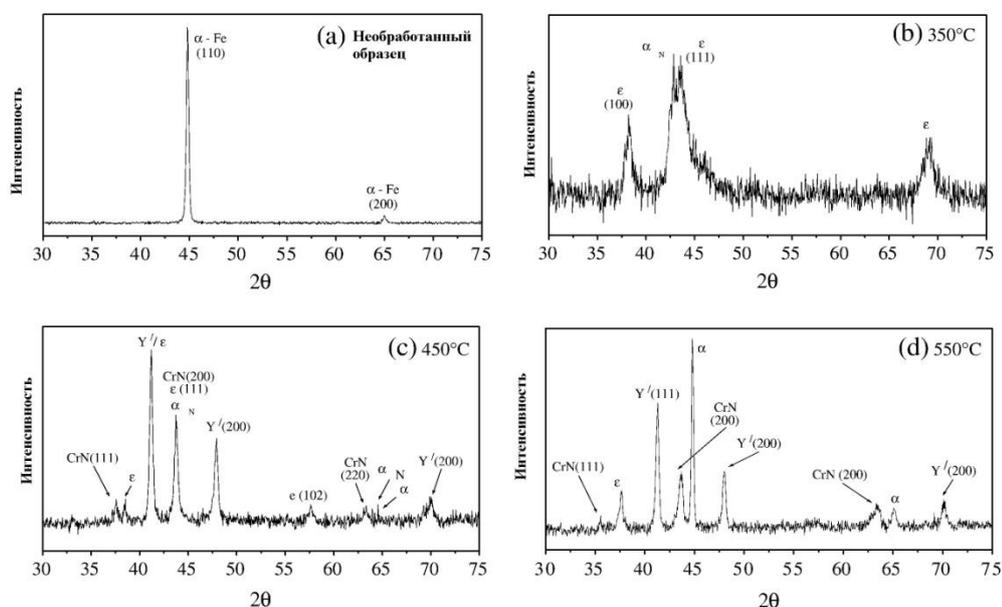


Рисунок 1.16 – Рентгенограммы необработанной и азотированной в плазме стали AISI420 [19].

Рисунок 1.17 (а) показывает, что необработанный образец имеет два дифракционных пика $\alpha(110)$. Рисунок 17 (b) показывает, что азотированная поверхность при 350 °С в основном состоит из нитрида железа $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$, наблюдался дифракционный пик пересыщенного твёрдого раствора азота в железе, и этот пик не мог быть согласован с любыми возможными фазами, включая железо, нитрид железа и нитрид хрома на азотированной поверхности. Формирование твёрдого раствора привело к расширению решетки $\alpha\text{-Fe}$, в результате чего наблюдается смещение пика в сторону меньших углов дифракции. Эти фазы $\alpha\text{-N-Fe}$ и $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ привели к упрочнению поверхности. В результате рентгеноструктурного анализа не обнаружено CrN, таким образом азотирование при 350 °С предотвращает образование нитрида хрома в приповерхностном слое. Фазовый состав в азотированном поверхностном слое при 450 °С был преимущественно $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$, а количество $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ было намного меньше, чем при 350 °С (рисунок 17 (c)). Однако, при этой температуре был обнаружен рефлекс от нитрида хрома. Количество фазы $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ в азотированном поверхностном слое при 550 °С было дополнительно больше, а количество $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$, по-видимому, уменьшилось (рисунок 17 (d)). Пик дифракции αN также исчез, CrN был обнаружен в азотированном слое. В общем, считается, что азот будет

реагировать с Cr в стали с образованием CrN при азотировании при температуре 550 °С. Следовательно, количество азота в твердом растворе должно уменьшаться, а расширение решетки будет уменьшаться, таким образом, рефлекс будет смещаться обратно в положение α -Fe.

1.4.2 Влияние времени ионно-плазменного азотирования на структурные и функциональные свойства сталей

В работе [20] проводилось плазменное азотирование стали AISI 304 L в тлеющем разряде с импульсным источником питания постоянного тока. Первоначально образцы обрабатывались в тлеющем разряде в газовой смеси H_2 и Ar при давлении ниже 50 Па. Затем образцы были азотированы при различном времени (6, 18, 24 и 36 ч) при температуре 400 °С. Все эксперименты по азотированию проводились в газовой смеси 25% N_2 + 75% H_2 при 300 Па. На рисунке 1.17 показаны рентгенограммы не азотированных и азотированных образцов при различном времени азотирования.

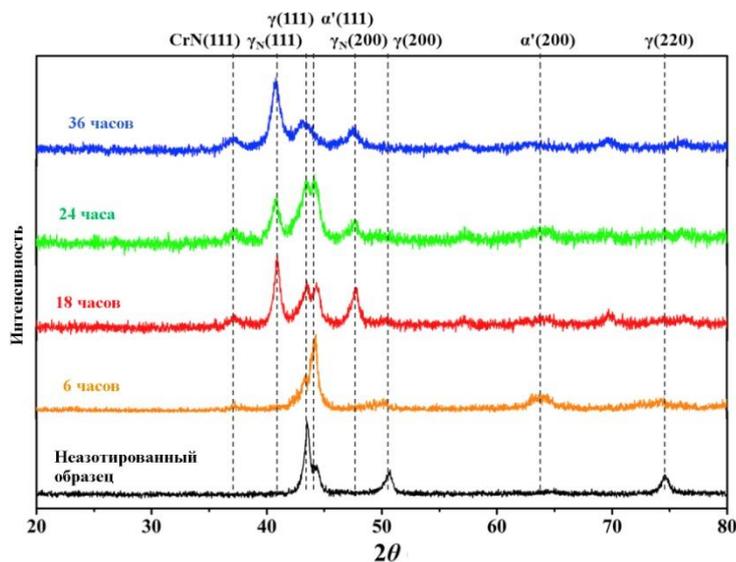


Рисунок 1.17– Рентгенограммы не азотированных и азотированных образцов в различных условиях [20].

Неазотированный образец имел фазы γ -Fe и фазы мартенсита α' . На поверхности образца, азотированного при 673 K в течение 6 ч, обнаруживаются γ_N -фаза и небольшое количество CrN. С увеличением времени азотирования количество фазы γ_N увеличивается, а количество фазы γ -Fe уменьшается. По сравнению с фазой γ -Fe пики фазы γ_N смещаются в сторону меньших углов дифракции, что связано с расширением решётки ввиду формирования твердого раствора внедрения. Кроме того, дифракционные пики уширяются с увеличением

времени азотирования, что является результатом напряжений и измельчения зерна. Этот вывод подтверждается результатами просвечивающей электронной микроскопии. Микротвёрдость и толщина азотированного слоя увеличиваются с увеличением времени азотирования, она достигают 1600 HV и 10 мкм для образца, азотированного при 673 К в течение 36 ч. На основании результатов рентгеноструктурного анализа получено, что образование γ_N является основной причиной повышения микротвёрдости. Исходя из выше описанного, можно сделать вывод, что при увеличении времени увеличивается глубина проникновения азота в образец. Однако при длительном азотировании скорость диффузии уменьшается и становится почти постоянной. Это явление связано с параболическим законом диффузии:

$$x = k \cdot \sqrt{D \cdot t} \quad (1.3)$$

где x – глубина; D – коэффициент диффузии; k – постоянная Больцмана.

Отсюда следует, что скорость формирования азотированного слоя обратна корню квадратному из времени [1]:

$$\frac{dx}{dt} \sim \frac{1}{\sqrt{t}} \quad (1.4)$$

Следует также отметить, что при длительном времени азотирования толщина зоны $(\epsilon+\gamma')$ -фаз не изменяется, но возрастает толщина пористой ϵ -фазы [2]. Это в свою очередь сказывается как на шероховатости поверхности, так и на других функциональных свойствах азотированных сталей. Зачастую длительность ионно-плазменного азотирования составляет несколько часов.

1.3.3 Влияние состава смеси газов на структурные и функциональные свойства сталей

Газовая смесь водорода и азота широко используется для увеличения скорости азотирования в процессе плазменного азотирования [21], [22], [23], [24]. Однако остается неясным, насколько важны для плазменного азотирования любые добавки газа, кроме азота. Например, водород увеличивает глубину азотирования и повышает микротвёрдость поверхности за счет удаления поверхностных оксидов в результате реакции восстановления. Присутствие аргона повышает твердость поверхности. В исследовании [25] в первую очередь рассматривается влияние различных газовых смесей на плазменное азотирование с целью улучшения твердости поверхности, состава и толщины слоя азотированной поверхности образца. Низколегированная сталь AISI 5140 была азотирована в плазме в различных газовых смесях, таких как азот+аргон, азот+водород и азот+водород+аргон, в течение постоянного времени 4 ч и температуры 450 °С при рабочем давлении 500 Па. Фаза α -Fe четко наблюдалась

в смеси 10% Ar + 90% N₂, поскольку интенсивность фазы ε была невысокой, также образовался белый слой. Это связано с тем, что количество Ar в газовой смеси было недостаточным для повышения кинетики диффузии. Эксперименты показали, что количество аргона в газовой смеси должно составлять минимум 20% для образования диффузионного слоя и повышения твердости поверхности. Однако диффузионный слой соединения наблюдался при азотировании в газовой смеси 10% H₂ + 90% N₂, поскольку энергия ионизации H₂ ниже, чем у Ar. Профили твердости азотированных образцов показали максимальную твердость в диапазоне от 760 до 770 HV_{0,05} для газовой смеси 10% N₂ + 90% H₂. Было замечено, что толщину диффузионного слоя и глубину прохождения азота в образец можно контролировать, а повышение твердости поверхности достигается с увеличением количества H₂ в газовой смеси. Таким образом, можно сделать выводы, что предпочтительно проводить азотирование в газовой смеси H и N₂. Однако именно Ar позволяет поддерживать газовый разряд, поэтому его применение необходимо. Помимо это плазму Ar⁺ применяются для предварительной бомбардировки образцов, чтобы удалить естественный оксид и другие загрязнения, если таковые имеются. Бомбардировка Ar⁺ продолжается до достижения желаемой температуры азотирования. Затем в камеру подают газовую смесь N₂ и H₂ при фиксированном соотношении. Азот и водород можно добавлять в камеру как отдельные газы, так и совместно в соединении аммиака NH₃. Использование аммиака упрощает управление процессом, но имеет негативное влияние на окружающую среду [1].

1.4.4 Влияние рабочего давления при азотировании на структурные и функциональные свойства сталей

Давление оказывает существенное влияние на параметры газового разряда и, как следствие, на структуру и толщину азотированного слоя. В работе [25] азотирование проводили в атмосфере с 25% N₂ + 75% H₂ в течение 5 часов при температуре 450 °C и давлении 100, 600 и 1200 Па. Толщина азотированного слоя, полученного при 100 Па, была больше, чем толщина слоя при 600 и 1200 Па. Эти результаты предполагают, что однородность распределения температуры изделия расширялась с уменьшением давления газа. В результате азотированный слой большей и однородной толщины был получен при более низком давлении - 100 Па. В исследовании [26] проводили плазменное азотирование образцов аустенитной стали AISI 304. Обработка проводилась в смеси газов с 24% N₂ + 76% H₂ в диапазоне давлений от 80 до 400 Па при 400 °C в течение 8 часов. Твердость поверхности значительно увеличилась после плазменного азотирования при 100 Па, достигнув максимума 1150 HV_{0,05}, что почти в 5 раз выше, чем у необработанного образца 230 HV_{0,05}. Износостойкость резко возросла после

плазменного азотирования при 100 Па, потеря веса после испытания на износ снизилась с 0,102 до минимума 0,013 г. Стойкость к коррозии повысилась после плазменного азотирования при 100 Па, минимальный ток коррозии составил $0,009 \text{ мкА}\cdot\text{см}^{-2}$, и был получен максимальный потенциал коррозии минус 361,9 мВ. Величина необходимого рабочего давления газовой смеси, степень ее диссоциации и ионизации в процессе азотирования определяются способом возбуждения плазмы. Оно ограничено снизу, то есть выше предельного, при котором еще возможно возбуждение плазмы данным способом. Чем больше рабочее давление газовой смеси и мощность разряда, тем более высокая концентрация атомарного азота и плотность ионного тока на поверхность изделия. Благодаря этому быстрее нарастает количество (доза) атомов реактивного газа, вошедших в образец, и тем короче может быть время обработки. С другой стороны, чем меньше давление, тем меньше частицы испытывают столкновений в плазме, таким образом, атомы азота достигают поверхности образца с большей энергией [1].

В исследовании [27] проводилось плазменное азотирование низколегированной стали CrMoV. В камеру подавали газовую смесь N_2 и H_2 в соотношении (80:20) до давления примерно 500 Па. Азотирование проводили при $500 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3, 8 и 10 часов. Азотированные образцы сначала подвергались испытаниям на микротвёрдость. Не было обнаружено повышения твёрдости стали при азотировании при $500 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3 ч. Только когда время азотирования увеличилось до 8 и 10 часов, твёрдость значительно повысилась до примерно 1150 HV, необработанная сталь имела 650 HV. На рисунке 1.18 показаны дифрактограммы образцов после 8 и 10 ч азотирования. Здесь обнаружено формирование γ' - (Fe_4N) и ϵ -нитридов (Fe_{2-3}N).

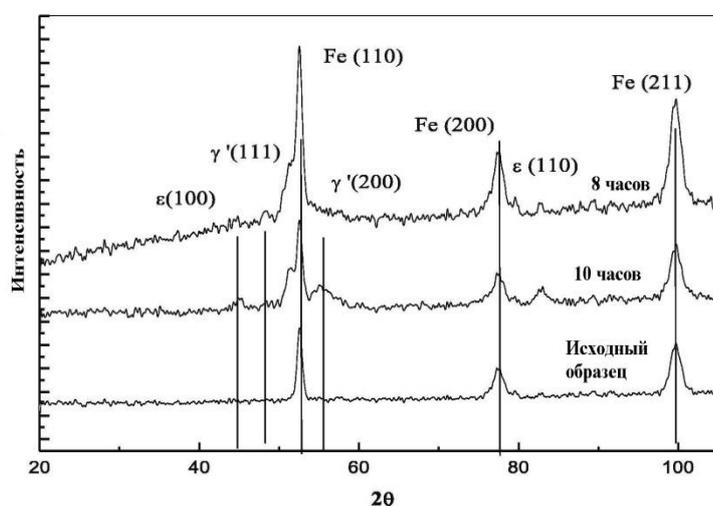


Рисунок 1.18 – Рентгенограммы стали в исходном состоянии и после азотирования в течение 8 и 10 часов [27].

В азотированной стали не обнаружено фазы CrN. Показано формирование ϵ - фазы, уже известной своей коррозионной стойкостью.

1.3.5 Влияние величины потенциала смещения на изделия на структурные и функциональные свойства сталей

В работе [28] высокочастотной (ВЧ) генератор используется для азотирования образцов из конструкционной стали 30ЧГСА. Эксперименты по азотированию проводились при различных напряжениях смещения V_b в диапазоне от минус 200 до 100 В относительно стенок разрядной камеры. ВЧ мощность, вводимая в разряд, составляла 1 кВт (отраженная мощность составляла менее 10%). Ток в катушках составлял 5 А, что соответствовало магнитной индукции, равной 19 Гс, на оси камеры. Плазменное азотирование образцов проводили в течение 2 ч в смеси газов N_2 , H_2 и Ar при общем давлении $1,5 \cdot 10^{-3}$ мбар, а соотношение потоков газов было следующим $N_2:H_2:Ar=2:12:1$. Азотирование проводилось в трёх режимах:

- первый режим: $V_b = -200$ В, $T_1 = 600$ °С;
- второй режим: $V_b = V_{fl}$, $T_1 = 480$ °С;
- третий режим: $V_b = +100$ В, $T_1 = 600$ °С.

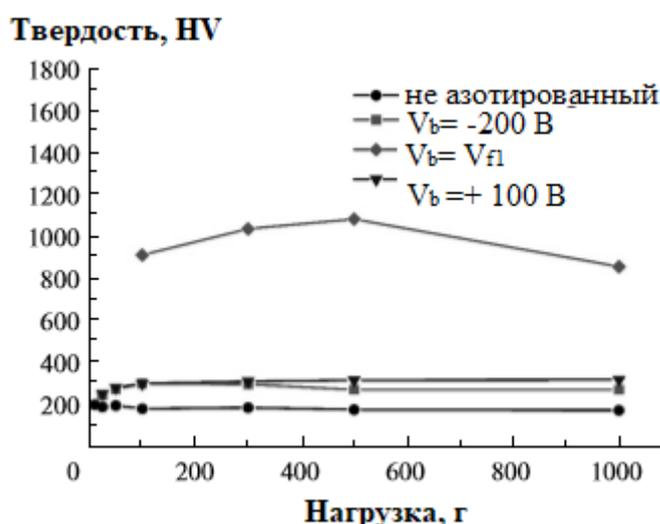


Рисунок 1.19 – Твёрдость поверхности четырех образцов, при разных нагрузках на индентор. Данные были усреднены по пяти измерениям[28].

Значение V_{fl} соответствует значению плавающего потенциала. Твердость поверхности стали до обработки находится в диапазоне от 160 до 230 HV. Видно, что твердость всех образцов после плазменной обработки превышала твердость не азотированной стали. Твердость в режимах 1 и 3 была примерно вдвое выше, чем у исходного образца. Твердость в режиме 2 была в 4–5 раз выше, чем у исходного образца. Согласно спецификациям производителя, твердость стали марки 30ЧГСА после закалки находится в диапазоне от 315 до 512 HV. Твердость после азотирования в режимах 1 и 3 достигает минимальной твердости закаленной и отпущенной стали, а твердость образца, обработанного в режиме 2, в два раза

превышает максимальную твердость, полученную после закалки и отпуска. Таким образом, азотирование в разряде ИСР позволило повысить твердость поверхности стали до уровней, недостижимых при регулярной термической обработке.

В работе [15] износостойкость образцов инструментальной стали AISI M₂ с закалкой и отпуском была исследована после плазменного азотирования при различных потоках N₂ – H₂, содержащих 25, 50 и 75 см³/мин N₂. Плазменное азотирование проводили при 450 °С в течение 8 ч под плавающим потенциалом с использованием плазменного реактора, оснащенного высокочастотным генератором плазмы с рабочей мощностью 750 Вт. Плазменное азотирование образцов проводилось в плазменном реакторе УРАНОС, работающем в условиях плавающего потенциала (соответствует рисунку 1.11). Для обозначения указанные потоки плазменного газа обозначаются 25N₂, 50N₂ и 75N₂ соответственно. Рабочее давление было 7,5 Па. На рисунке 1.20 показаны результаты анализа износостойкости образцов.

И какой вывод мы делаем по этим результатам? Что из них видно. В идеале эти данные относятся к влиянию состава газовой смеси, а не смещения!

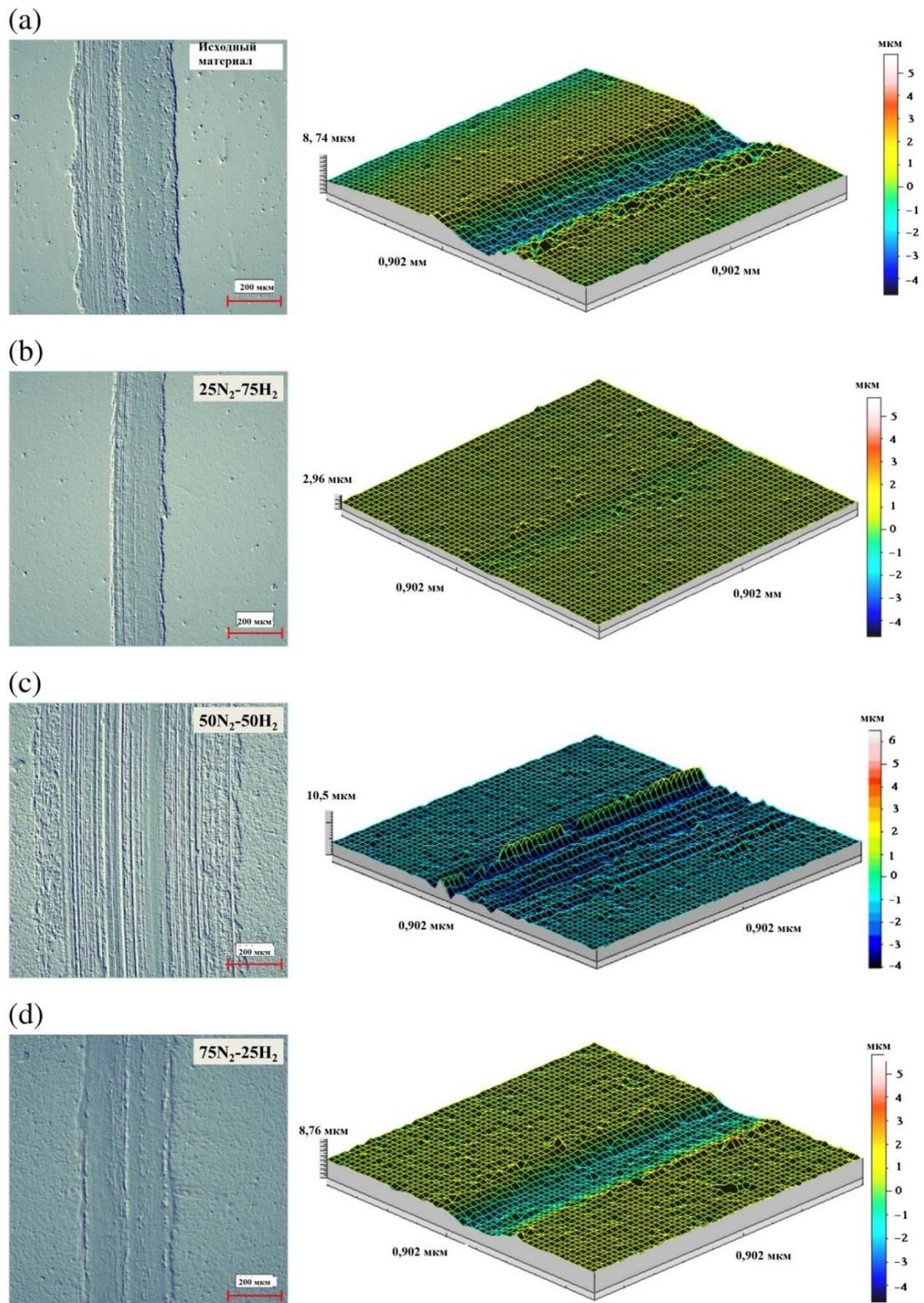


Рисунок 1.20 – Профили поверхности следов износа (а) до азотирования и (б) после плазменного азотирования при 25 см³/мин N₂-75 см³/мин H₂, (с) 50 см³/мин N₂-50 см³/мин H₂ и (д) 75 см³/мин N₂-25 см³/мин H₂ [29].

Раздел 2. Экспериментальные методы и оборудование

В данном разделе рассматриваются методы и оборудование, используемое в исследовании.

2.1 Лабораторная установка

Для проведения процесса азотирования использовалась экспериментальная ионно-плазменная установка, представленная на рисунке 2.1. Она была разработана и изготовлена в научно-образовательном центре Б.П. Вейнберга ТПУ и предназначена для ионно-плазменной обработки поверхности твёрдых тел.



Рисунок 2.1 – Экспериментальная ионно-плазменная установка.

Экспериментальная установка состоит из вакуумной камеры, оборудованной комплектом магнетронов, ионным источником, планетарным подложкодержателем на 8 образцов, ВЧ источником плазмы, системой нагревателей и системой подачи рабочих газов (Ar , O_2 , H_2 , N_2). Схема установки представлена на рисунке 2.2.

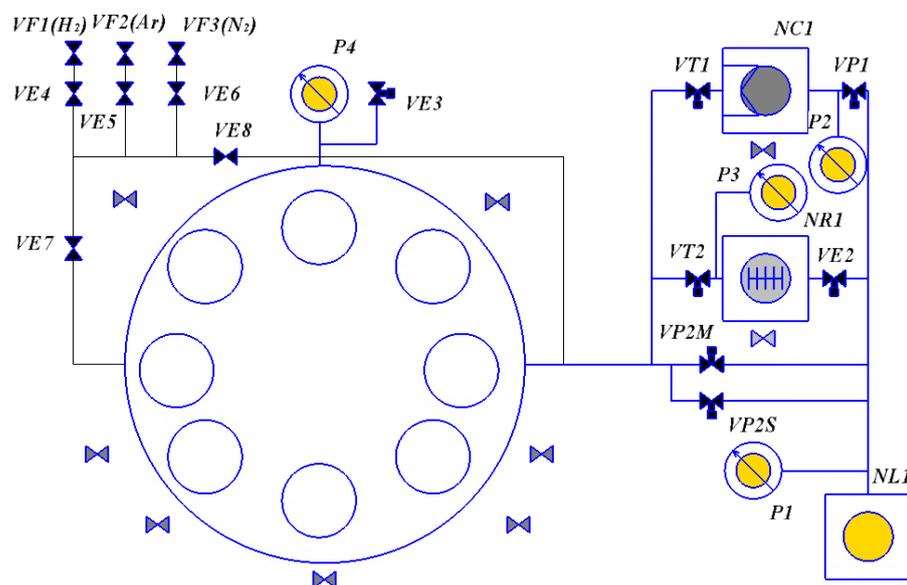


Рисунок 2.2 – Схема ионно-плазменной установки.

Вакуумная схема установки основана на базе криогенного насоса (NC1), турбомолекулярного насоса (NR1) с использованием безмасляного спирального насоса (NL1) в качестве форвакуумного насоса. Для запуска и корректной работы турбомолекулярного насоса необходимо достичь во всей вакуумной системе давление порядка 100 Па. Клапан VP2M позволяет достигать предварительного разрежения в объеме рабочей камеры. Клапан VP2S используется для предварительной откачки по форвакуумной линии, чтобы предотвратить резкую подачу газа в форвакуумный насос. При достижении давления запуска турбомолекулярного насоса клапан VP2M перекрывается. Далее открывается клапан VE2 и затвор VT2 для достижения давления запуска криогенного насоса (NC1). Затем клапан VE2 и затвор VT2 перекрывается. Запускается криогенный насос (NC1), открывается затвор VT1 до достижения давления в камере порядка 10^{-3} Па. Напуск технологических газов производится непосредственно в объём рабочей камеры через клапан VE7. Напуск рабочих газов непосредственно из баллонов производится через клапаны VE4, VE5, VE6 для водорода, аргона и азота соответственно. Напуск атмосферного давления производится через клапан VE3. Контроль давления в объеме производится при помощи широкодиапазонного вакуумметра P4. Серым цветом на схеме отмечены клапаны для подачи охлаждающей жидкости на наружную поверхность частей вакуумной системы.

2.2 Индуктивно–связанный источник плазмы РПГ–128

В работе в качестве источника ВЧ газового разряда используется индуктивно-связанный источник РПГ-128. В Таблице 2.1 указаны его основные технические характеристики.

Таблица 2.1 – Технические характеристики РПГ-128

Параметр	Значение
Частота генератора для возбуждения, МГц	13,56
Максимальная подводимая ВЧ мощность, Вт	1500
Минимальная ВЧ мощность, Вт	300
Диапазон рабочих давлений, Па	0,1-10

Для получения газового разряда необходим газ, вакуумная камера, в которой создано пониженное давление с помощью вакуумного насоса, ВЧ генератор с системой согласования и индуктивно-связанный источник. В камеру запускается газ (аргон) в качестве рабочего газа. Включается питание ВЧ генератора. Ионизация газа достигается за счет создания переменного магнитного поля путем пропускания высокочастотного электрического тока через охлаждаемую плоскую катушку РПГ. Эта катушка генерирует переменное магнитное поле, ориентированное в вертикальной плоскости. Свободные электроны, находящиеся в газе, совершают колебательные движения и вызывают ионизацию рабочего газа. Механизм ионизации осуществляется посредством столкновения.

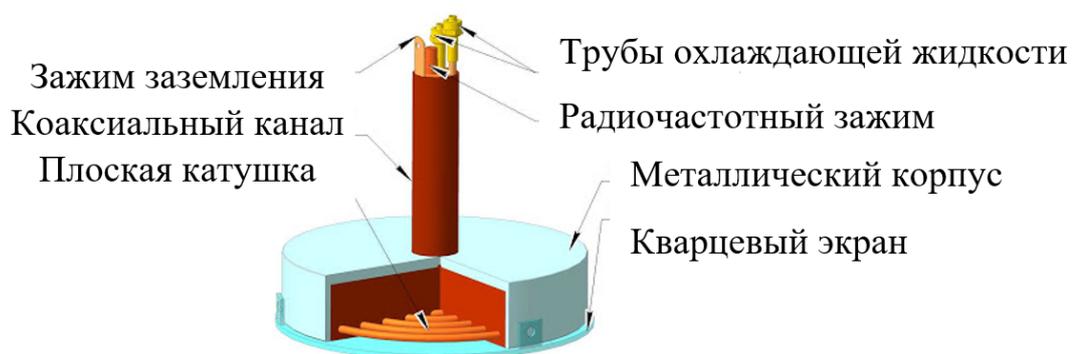


Рисунок 2.3 – Общий вид радиочастотного плазменного генератора в разрезе [30].

Индуктивно связанная плазма может быть получена путем направления энергии радиочастотного генератора в рабочий газ, обычно аргон. Также можно использовать гелий и/или азот. Важно, чтобы газ был чистым, поскольку загрязняющие вещества могут вызывать охлаждение плазмы и привести к её гашению.

Традиционно частота ВЧ–генераторов составляет 13,56 МГц. ВЧ–генераторы имеют особенность, заключающуюся в необходимости их согласования для максимального увеличения падающей мощности и минимизации отраженной. Из-за наличия устройства согласования (ручного или автоматического) данный тип генератора более дорогой, чем другие источники питания и менее надежный. Однако у него есть важное преимущество - способность создавать плазму с низкой энергией ионов, которая не повреждает даже чувствительные элементы на обрабатываемых образцах (например, полупроводниковые кристаллы на микросборках или легированные области в полупроводниковых пластинах).

2.3 Методика пробоподготовки подложек

Полировально-шлифовальные машины используются для пробоподготовки образцов из сталей, сплавов и других материалов. Экспериментальные образцы шлифуют до устранения неровностей поверхности. При шлифовке последовательно применяют менее грубые материалы, чтобы свести к минимуму нарушения поверхности образца. В данной работе для пробоподготовки образцов из стали 40Х13 использовалась полировально-шлифовальная машина МР-1В. Фотография этой машины представлена на рисунке 2.4.



Рисунок 2.4 – Полировально-шлифовальная машина МР-1В.

Для металлических изделий требуется удалить загрязнения с поверхности, осуществить полировку поверхности, не допустив её окисления. Поэтому технология пробоподготовки образцов перед азотированием состояла в следующем.

Этап 1: механическая подготовка.

Шлифование подложек на установке МР-1В GRINDER POLISHER на разных шлифовально-полировальных дисках (Р400, Р600, Р1200, Р2400, Р4000, где Р – зернистость).

Шлифовка поверхности с использованием шерстяных дисков с добавлением алмазной суспензии (3 и 1 мкм).

Этап 2: обезжиривание образцов.

Образцы помещаются в изопропиловый спирт, проводится кипячение в течение пары мин, далее – сушка в парах спирта до полного испарения. После этого, образец помещается в печь атмосферного типа, нагретую до температуры 106 °С, и выдерживается там не менее 10 мин с целью окончательного удаления паров воды и спирта с поверхности образцов.

2.4 Метод анализа морфологии поверхности

Рельеф поверхности имеет важное значение для дальнейшей обработки изделий после азотирования. Поэтому в данной работе была исследована шероховатость поверхности до и после азотирования. Для этого был использован трехмерный бесконтактный профилометр Micro Measure 3D Station (рисунок 2.5).



Рисунок 2.5 – Прибор Micro Measure 3D Station [31]

Назначение и область применения:

- бесконтактные измерения различных глубин с использованием набора компактных оптических датчиков;
- выбор одной, двух или трех осей движения для точного позиционирования и сканирования поверхности предмета;
- анализ твердых и мягких образцов, в том числе и оптически прозрачных;
- расчет расстояний, площадей, объемов отдельных объектов и массивов.

Методика проведения эксперимента:

- образец исследуемого материала помещают на предметный столик профилометра, с помощью программного обеспечения производятся

необходимые настройки (калибровка, настройка резкости, ввод необходимых параметров);

- световым пучком диаметром 2 мкм освещают поверхность материала импульсами с частотой 30, 100, 300 или 1000 Гц. Частота световых импульсов выбирается в зависимости от интенсивности отражённого света и зависит от состояния поверхности (шероховатости, степени блеска или черноты). Пучок света генерируется галогенной лампой. Затем по волоконно-оптическому проводнику пучок переходит в датчик, где он формируется в луч. Высота выступов и впадин определяется из разности интенсивностей падающего и отражённого света;
- с помощью программного обеспечения профилометра, позволяющего регистрировать полученные измерения и проводить их статистическую обработку с получением различных данных о поверхности исследуемого образца, были определены все параметры шероховатости: R_a , R_z .

Шероховатость поверхности вычисляется из профиля, зарегистрированного на отрезке определённой длины (рисунок 2.6).

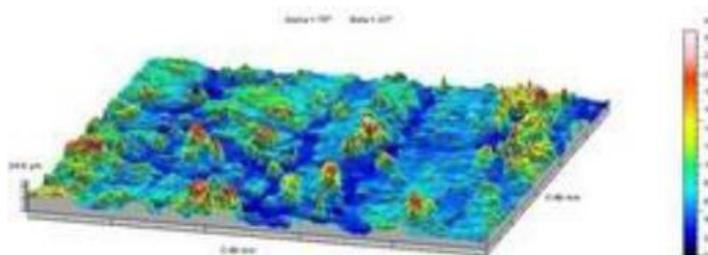


Рисунок 2.6 – Пример 3D-модели поверхности подложки [31].

Трёхмерное изображение поверхности формируется в результате многократного, последовательного перемещения поверхности исследуемого образца под датчиком. Далее производится анализ полученных профилей.

Профилометр снабжен цифровой камерой, позволяющей десятикратно увеличивать изображение поверхности. Результатом работы является профиль поверхности, из которого можно извлечь необходимые параметры шероховатости.

2.5 Анализ кристаллической структуры образцов

Определение структуры, т. Е. Реконструкция атомно-молекулярной структуры по данным рентгеновской дифракции, является достаточно сложной задачей, но методы решения этой задачи хорошо разработаны, хотя они различаются в зависимости от конкретных объектов

и методов измерения, как следует из монографий и учебники, рассматривающие основы и особенности этого анализа. Для определения структуры исследуемого образца с использованием набора измеренных дифракционных данных обычно используется модель эксперимента XRD (X-ray diffraction, метод рентгеновской дифракции), где учитываются эффекты взаимодействия зондирующего излучения с образцом. Теоретический анализ, основанный на сравнении математической модели с экспериментальными данными, позволяет рассчитать структурные характеристики образца. Кристаллы представляют собой регулярные массивы атомов, в то время как рентгеновские лучи можно рассматривать как волны электромагнитного излучения. Кристаллические атомы рассеивают падающие рентгеновские лучи, в первую очередь, за счет взаимодействия с электронами атомов. Это явление известно как упругое рассеяние; электрон будет являться частицей вызывающее это рентгеновское излучение. Регулярный массив электронов создает регулярный массив сферических волн. В большинстве направлений эти волны нейтрализуют друг друга посредством деструктивной интерференции, однако они конструктивно складываются в нескольких конкретных направлениях, как это определено законом Брэгга. На рисунке 2.7 изображена система плоскостей, характеризующая межплоскостным расстоянием d . Каждая плоскость отражает луч под одним и тем же углом θ , так как рентгеновские лучи распространяются в веществе практически без преломления.

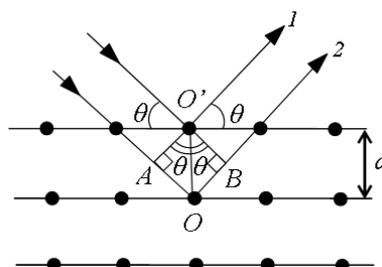


Рисунок 2.6 – Отражение лучей в кристалле по Брэггу [32].

При отражении лучи могут интерферировать в том случае, если их разность хода ($\Delta(OB)$) будет равна целому числу волн $\Delta(OB) = n\lambda$. Из прямоугольных треугольников AOO' и BOO' видно, что $AOB = 2d \cdot \sin\theta$. Следовательно, условие дифракции рентгеновских лучей (Вульфа – Брэггов) будет иметь вид:

$$2d \cdot \sin(\theta) = n \cdot \lambda, \quad (2.1)$$

где n – называют порядком отражения ($n = 1, 2, 3$).

Принципиальная схема дифрактометра показана на рисунке 2.7.

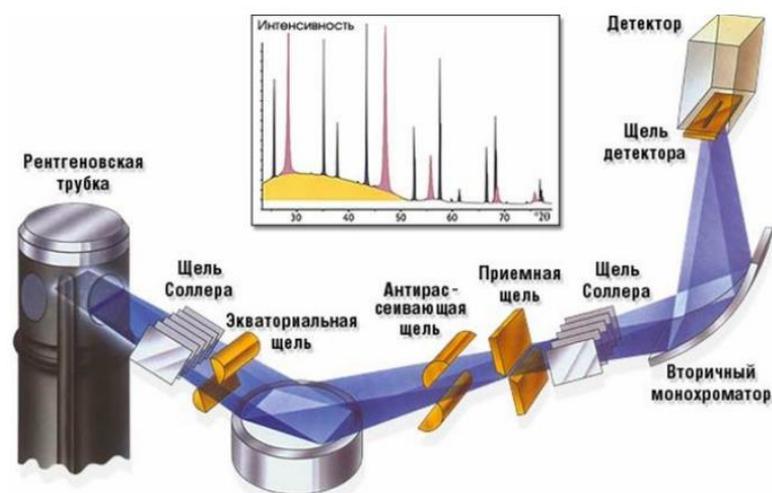


Рисунок 2.7 – Принципиальная схема дифрактометра [32]

Главные компоненты дифрактометра: рентгеновская трубка и детектор. Они размещаются на подвижном устройстве, называемом гониометром. Это система точной установки и отслеживания угла излучения по отношению к поверхности образца. Одно плечо гониометра задает угол облучения образца рентгеновской трубкой, другое определяет угол брэгговского отражения излучения от образца (детектируемый сигнал). Детектор непрерывно во время движения (при изменении угла) регистрирует интенсивность рентгеновского излучения. Остальные части оптической схемы дифрактометра придают излучению такие свойства, чтобы оптимизировать его для решения тех или иных задач дифрактометрических исследований. В данном исследовании использовался рентгеновский дифрактометр XRD-7000S. Фото данного дифрактометра представлена на рисунке 2.8.



Рисунок 2.8 – Рентгеновский дифрактометр XRD-7000S [32].

Основными параметрами съёмки на дифрактометре являются:

- вещество анода и фильтра K_{β} -излучения (или используемый монохроматор);
- величина ускоряющего напряжения и ток электронов;

- тип детектора;
- используемая шкала скорости счета импульсов;
- скорость движения детектора;
- шаг сканирования.

В данном исследовании при проведении рентгеновской дифракции использовалась рентгеновская трубка из меди. Предельно допустимое ускоряющее напряжение составило в данном исследовании 40 кВ, электронный ток – 30 мА, диапазон сканирования от 10 до 90 °, скорость сканирования 10 0000 °/мин.

2.6 Изучение микроструктуры поверхности

В данной работе образцы исследовались при помощи оптического микроскопа Axiovert 200MAT. Были приготовлены шлифы по перечному сечению образцов. При изготовлении шлифов возможно заваливание поверхности. Поэтому образцы готовятся, закрепляя их в специальные алюминиевые оправки с и заливаются эпоксидным клеем, затем образцы просушиваются и полируются. При этом удастся обеспечить жесткий контакт образца с оправкой и предотвратить завал края шлифа.



Рисунок 2.9 – Общий вид Микроскопа Axiovert 200MAT [33].

Микроскоп Axiovert 200MAT предназначен для измерений при проведении металлографических наблюдений и исследований, в том числе при контроле качества образцов в машиностроении, геологии, микроэлектронике и других отраслях промышленности.

Принципиальная схема металлографического микроскопа показана на рисунке 2.10.

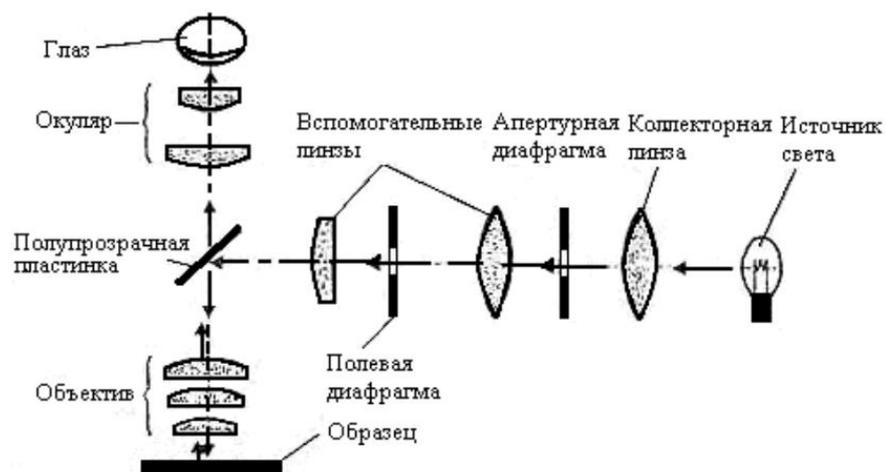


Рисунок 2.10 – Принципиальная схема металлографического микроскопа [34].

Подготовленный шлиф помещают перпендикулярно оптической оси микроскопа в плоскости, совпадающей с передней главной фокальной плоскостью объектива. Шлиф освещается проходящим через объектив почти параллельным оптической оси пучком света, который формируется посредством осветительной системы. В осветительную систему входят источник света (лампа), коллекторная линза, апертурная и полевая диафрагмы, вспомогательные линзы, полупрозрачная пластина.

Световые лучи, отраженные от ровных участков поверхности шлифа, попадают в объектив. Лучи, отраженные от микронеровностей, в объектив не попадают. Конечное изображение формируется окуляром. Ровные участки шлифа, перпендикулярные оптической оси микроскопа, на конечном изображении оказываются светлыми, а участки, наклоненные к оси, - темными. Благодаря этому выявляются границы зерна, частицы второй фазы, поры, другие элементы структуры материала.

2.7 Изучение микротвёрдости образцов

Анализ микротвёрдости образцов проводили с помощью твердомера Виккерса KB10, изображенного на рисунке 2.11.



Рисунок 2.11 – Твердомер Виккерса KB10 [35].

Испытание твердости по Виккерсу проводят путем вдавливания в испытуемый образец четырехгранной алмазной пирамиды с углом при вершине 136° .

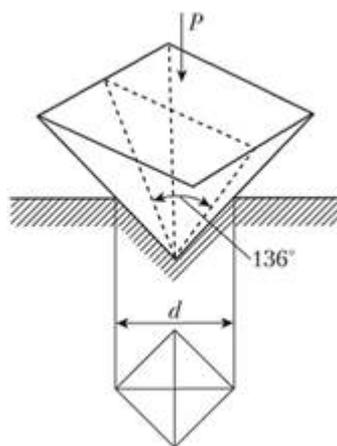


Рисунок 2.12 – Схема испытания на твердость по Виккерсу [35].

Твердость по Виккерсу определяют отношением нагрузки P к площади поверхности полученного отпечатка F . Отпечаток получается в виде квадрата. С помощью микроскопа, являющегося составной частью прибора, измеряют его диагонали и определяют их среднее арифметическое значение. Величина твердости характеризуется символом HV и вычисляется по формуле:

$$HV = \frac{P}{F} = \frac{2 \cdot P \cdot \sin \alpha / 2}{d^2} = \frac{P \cdot 1,854}{d^2}, \frac{\text{кгс}}{\text{мм}^2} \quad (2.2)$$

где P – нагрузка, Н; α – угол между противоположными гранями пирамиды алмазного наконечника, $\alpha = 136^\circ$; d – среднее арифметическое длины обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки, мм.

Для анализа микротвёрдости в нашем исследовании использовалась нагрузка индентора 0,02 Н. Глубина индентации находилась в диапазоне от 5 до 55 мкм, с шагом 5 мкм. Для наиболее чёткого представления о распределении фаз по образцу количество измерений составило не менее 3 раз.

2.6 Исследование износостойкости образцов

Для проведения трибологического испытания был использован Высокотемпературный трибометр PC-Operated High Temperature Tribometer ТНТ-S-АХ0000 (CSEM, Швейцария). Внешний вид прибора показан на рисунке 2.12.



Рисунок 2.12 – Трибометр PC-Operated High Temperature Tribometer ТНТ-S-АХ0000 [36]

Высокотемпературный трибометр реализует измерительные методики «Игла на диске» и «Шар на диске». Методика тестирования соответствует ASTM G99 и DIN 50324.

Исследуемый образец закрепляется на вращающемся диске. Зафиксированный нагревающий элемент позволяет вращающемуся диску нагреваться до температуры 800 °С. Износ исследуемого образца определяется путем измерения трека образованного в результате действия неподвижного индентора на вращающийся образец.

При проведении исследования износостойкости образцов была выбрана нагрузка на индентор 5 Н, температура образца 25°С, радиус шара 2,51 мм, скорость 5 см/с.

2.8 Определение коррозионной стойкости

Коррозионную стойкость образцов оценивали по поляризационным кривым в 3,5 масс.% растворе NaCl на потенциостат-гальваностате Р-45Х.



Рисунок 2.13 – Потенциостат-гальваностат Р-45Х [37].

Для проведения электрохимических измерений используется установка, состоящая из электрохимической ячейки и измерительной аппаратуры. Для исследования свойств двойного электрического слоя, кинетики электрохимических процессов в основном используются трехэлектродные электрохимические ячейки [38]. На рисунке 2.14 представлено схематическое изображение используемой установки.

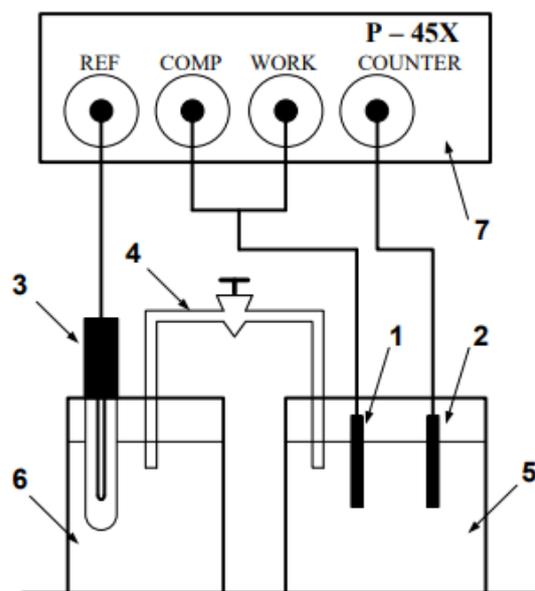


Рисунок 214 – Электрохимическая ячейка с потенциостатом-гальваностатом: 1 – рабочий электрод; 2 – вспомогательный электрод; 3 – электрод сравнения; 4 – солевой мостик; 5 – рабочий электролит; 6 – электролит электрода сравнения; 7 – потенциостат-гальваностат [37].

На позицию рабочего электрода устанавливалась заготовка с образцом, на позицию вспомогательного электрода устанавливалась графитовый стержень, в качестве электрода сравнения использовался хлорсеребряный электрод. Солевой мостик используется для предотвращения смешивания рабочего электролита с электролитом электрода сравнения, но вместе с тем он обеспечивает протекание электрического тока в цепи электрода сравнения.

Было проведено три типа коррозионных испытаний:

- потенциостатические испытания (длительность испытания - 2000 с);
- поляризационные испытания (скорость развертки - 0,0003 В/с, диапазон определения поляризации - ± 80 мВ относительно потенциала коррозии);
- потенциодинамические испытания (скорость развертки - 0,0005 В/с, ограничение по току 0,09 А)

Раздел 4. Финансовый менеджмент, ресурсосбережение и ресурсоэффективность

Введение

Выполнение раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» несет в себе цель выполнить комплексное описание и анализ финансово-экономических аспектов проекта. Необходимо оценить полные денежные затраты на проект, а также дать хотя бы приближенную экономическую оценку результатов его внедрения. Это в свою очередь позволит с помощью традиционных показателей эффективности инвестиций оценить экономическую целесообразность осуществления работы.

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

- Оценка коммерческого потенциала разработки;
- Планирование научно-исследовательской работы;
- Расчет стоимости научно-исследовательской работы;
- Определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

Цель работы – получение данных о процессе азотирования на стали 40X13 в плазме высокочастотного разряда в среде N_2+Ar+H_2 .

4.1. Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1. Потенциальные потребители результатов исследования

Работа посвящена технологии азотирования при использовании плазмы высокочастотного разряда в азот – аргон – водородной среде с использованием индуктивно – связанного источника. Использование индуктивно – связанного источника плазмы создавать смещения напряжения на подложке. Новизна разработки состоит в исследовании влияния напряжения смещения на получаемое покрытие при азотировании в азот – аргон – водородной плазме созданной с помощью ВЧ – источника.

Азотирование - это термохимическая обработка, при которой атомарный азот диффундирует в стальную основу. Эта обработка обеспечивает не только большую твердость поверхности стали, но также повышенную стойкость к истиранию, усталости и коррозии в сочетании с хорошей ударной вязкостью и пластичностью. С помощью азотирования можно получить различные слои на поверхности стального образца: составной слой, также называемый белым слоем, и диффузионный слой. Благодаря контролю параметров плазменного процесса можно избежать образования белого слоя или получить один слой $Fe_4N-\gamma'$ или $Fe_3N-\epsilon$.

Традиционно используют три метода азотирования: газовое, жидкостное, плазменное. Модификация данных методов является основной задачей для исследователей данного процесса. Широкий круг параметров (температура, время и т.д.) при азотировании может повлиять на изменение поверхностных свойств сталей. Однако плазменное азотирование обладает рядом преимуществ, таких как:

- отсутствие деформаций после обработки, так как охлаждение образцов происходит непосредственно в вакуумной камере;
- в материалах не происходит структурных превращений из-за более низкой температуры обработки;
- существует возможность обрабатывать детали любых форм и размеров;
- отсутствует загрязнение окружающей среды.

Азотирование можно применять к широкому кругу материалов: различные сплавы металлов, различные классы сталей, а также к чистым металлам, например титану. Поэтому целевым рынком может быть любое металлоперерабатывающее предприятие.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

Анализ конкурентных решений целесообразно проводить при помощи оценочной карты, для этого были определены 2 конкурента на рынке: технология высокочастотного плазменного азотирования (B_1), газового азотирования (B_2).

Расчет показателя конкурентоспособности производился по следующей формуле:

$$K = \sum_i B_i \cdot V_i, \quad (4.1)$$

где B_i – бал i -го показателя, V_i – вес показателя (в долях единицы).

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		B_{ϕ}	$B_{к1}$	$B_{к2}$	K_{ϕ}	$K_{к1}$	$K_{к2}$
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Производительность	0,25	4	5	2	1,0	1,25	0,5
2. Надёжность	0,1	4	3	4	0,4	0,3	0,4
3. Простота методики получения покрытий	0,1	5	3	5	0,5	0,3	0,5
4. Качество покрытий	0,2	5	3	4	1,0	0,6	0,8
5. Возможность автоматизации	0,1	5	3	5	0,5	0,3	0,5
Экономические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,05	5	3	4	0,25	0,15	0,2

2. Уровень проникновения на рынок	0,04	4	3	5	0,16	0,12	0,2
3. Стоимость технологии	0,06	4	4	4	0,24	0,24	0,24
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,05	5	5	5	0,25	0,25	0,25
5. Послепродажное обслуживание	0,05	5	3	5	0,25	0,15	0,25
Итого	1	46	35	43	4,55	3,66	3,84

Согласно вышеприведенному расчету видно, что предлагаемая нами технология азотирования покрытий имеет более высокий показатель конкурентоспособности (4,55). Это обусловлено следующим рядом факторов: технология безопасна, проста в эксплуатации и надёжна, а также имеет высокую производительность.

4.2 SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. Результаты исследования приведены в SWOT-анализ (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – SWOT-анализ.

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта:	Слабые стороны научно-исследовательского проекта:
	С1. Высокая производительность технологии; С2. Высокая повторяемость результатов; С3. Простая методика азотирования сталей;	Сл1. Недостаточная инструментальная база для проведения измерений; Сл2. Использование устаревшего оборудования для исследования; Сл3. Отсутствие достаточного финансирования проекта.
Возможности: В1. Использование инновационной структуры ТПУ; В2. Повышение стоимости конкурентных разработок	1. Получение технологии исследований 2. Продвижение НТИ на рынок	1. Поиск дополнительного финансирования в виде грантов и др. 2. Повышение квалификации кадров у потенциальных потребителей 3. Приобретения необходимого оборудования либо использование инновационной инфраструктуры ТПУ
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на технологию; У2. Введение	1. Продвижение технологии с целью создания спроса 2. Сертификация и стандартизация технологии	1. Приобретение необходимого оборудования либо использование инновационной инфраструктуры ТПУ 2. Продвижение технологии с

дополнительных государственных требований сертификации технологии.	к	целью создания спроса
--	---	-----------------------

4.3 Планирование научно-исследовательских работ

4.3.1 Структура работ в рамках научного исследования

Комплекс предполагаемых работ включает в себя следующие задачи:

- определить структуру работ в рамках исследования;
- определить участников каждой работы;
- установить продолжительность работ;

Работа выполнялась студентом (инженер) под руководством научного руководителя (таблица 4.3).

Таблица 4.3 – Список производимых задач и работ и их исполнители

Основные этапы	№	Содержание работ	Должность
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований и способа решения задач	Руководитель
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	4	Составление плана экспериментов	Руководитель, инженер
	5	Подготовка образцов для экспериментов	Инженер
	6	Проведение экспериментальных работ	Руководитель, Инженер
	7	Выполнение расчётов	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Анализ и обработка полученных результатов	Инженер
	9	Обсуждение и оценка эффективности результатов	Руководитель, Инженер
Оформление отчета по НИР	10	Составление пояснительной записки	Инженер
	11	Подготовка к защите	Инженер

4.3.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Основная часть стоимости разработки проекта составляется из трудовых затрат, поэтому важно определить трудоемкость работ всех участников разработки проекта.

Несмотря на то, что трудоемкость зависит от трудно учитываемых параметров, т.е. носит вероятностный характер, ее можно определить экспертным путем, в «человеко-днях».

Ожидаемое (среднее) значение трудоемкости $t_{ож\ i}$ определяется по формуле:

$$t_{ож\ i} = \frac{3t_{\min\ i} + 2t_{\max\ i}}{5}, \quad (4.2)$$

где $t_{ож\ i}$ – минимально возможное время выполнения поставленной задачи исполнителем (является оптимистичной оценкой: при удачном стечении обстоятельств), чел.-дн.;

$t_{\max\ i}$ – максимально возможное время выполнения поставленной задачи исполнителем (является пессимистичной оценкой: при неудачном стечении обстоятельств, чел.-дн.

На основании расчетов ожидаемой трудоемкости работ, необходимо определить продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p :

$$T_{p\ i} = \frac{t_{ож\ i}}{C_i}, \quad (4.3)$$

где C_i – количество исполнителей, одновременно выполняющих поставленную задачу, чел.

По всем работам результаты расчета продолжительности в рабочих днях представлены в таблице 4.4.

4.3.3 Разработка графика проведения исследования

Диаграмма Ганта является наиболее удобным и наглядным способом представления графика проведения работ и представляет собой отрезки, размещенные на горизонтальной шкале времени. Каждый отрезок соответствует отдельной задаче или подзадаче. Начало, конец и длина отрезка на шкале времени соответствуют началу, концу и длительности задачи.

Для построения графика Ганта длительность каждой из выполняемых работ из рабочих дней переводились в календарные дни по формуле:

$$T_{k\ i_{рук}} = T_{p\ i} \cdot k_{кал}, \quad (4.4)$$

$$T_{k\ i_{инж}} = T_{p\ i} \cdot k_{кал}, \quad (4.5)$$

где $k_{кал}$ – календарный коэффициент.

Для каждого исполнителя расчеты производились индивидуально. Календарный коэффициент определялся по формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (4.6)$$

где $T_{\text{кал}}$ – общее количество календарных дней в году; $T_{\text{вых}}$ – общее количество выходных дней в году; $T_{\text{пр}}$ – общее количество праздничных дней в году.

Расчет трудоемкости и продолжительности работ, на примере задачи «Составление и утверждение технического задания»:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3t_{\text{min}i} + 2t_{\text{max}i}}{5} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 4}{5} = 2,8 \text{ чел. - дн.}, \quad (4.7)$$

$$T_{\text{р}i} = \frac{t_{\text{ож}i}}{q_i} = \frac{2,8}{1} = 2,8 \text{ раб. дн.} \quad (4.8)$$

Расчет календарного коэффициента для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 90 - 24} = 1,45. \quad (4.9)$$

Расчет календарной продолжительности выполнения работы, на примере задачи «Выбор направления исследований»:

$$T_{\text{ки,рук}} = T_{\text{р}i} \cdot k_{\text{кал}} = 2,8 \cdot 1,45 = 4,06 \approx 4 \text{ кал. дн.} \quad (4.10)$$

Все полученные значения в календарных днях округлялись до целого числа. Результаты представлены в таблице 4.4

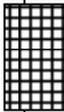
Таблица 4.4. Временные показатели проектирования

Название работы	Трудоёмкость						Длит-сть в рабочих днях, $T_{\text{р}i}$		Длит-сть в календарных днях, $T_{\text{к}i}$	
	t_{min} , чел.-дн.		t_{max} , чел.-дн.		$t_{\text{ож}}$, чел.-дн.					
	Руковод.	Инженер	Руковод.	Инженер	Руковод.	Инженер	Руковод.	Инженер	Руковод.	Инженер
Составление и утверждение технического задания	2	-	4	-	2,8	-	2,8	-	4	-
Выбор направления исследований и способа решения задач	2	-	4	-	2,8	-	2,8	-	4	-
Подбор и изучение материалов по теме	-	21	-	28	-	23,8	-	23,8	-	35
Составление плана экспериментов	4	4	7	7	5,2	5,2	2,6	2,6	4	4
Подготовка образцов для	-	3	-	5	-	3,8	-	3,8	-	7

экспериментов										
Проведение экспериментальных работ	14	24	20	34	16,4	28	8,2	14	12	21
Выполнение расчетов	-	7	-	10	-	8,2	-	8,2	-	12
Анализ и обработка полученных результатов	-	5	-	8	-	6,2	-	6,2	-	9
Обсуждение и оценка эффективности результатов	и 5	6	7	9	5,8	7,2	2,9	3,6	4	5
Составление пояснительной записки	-	3	-	6	-	4,2	-	4,2	-	6
Подготовка к защите	к -	4	-	6	-	4,8	-	4,8	-	7

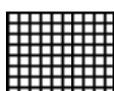
Таблица 4.5. Календарный план-график проведения НИОКР по теме

№ работ	Вид работ	Исполнители	T_{ki} , кал. Дн.	Продолжительность выполнения работ									
				февр		март		апр		май			
				1	2	1	2	1	2	1	2		
1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель	4										
2	Выбор направления исследований и способа решения задач	Руководитель	4										
3	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер	35										
4	Составление плана экспериментов	Руководитель, инженер	4										
5.	Подготовка образцов для экспериментов	Инженер	7										
6.	Проведение экспериментальных работ	Руководитель, Инженер	21										

7.	Выполнение расчетов	Инженер	12								
8.	Анализ и обработка полученных результатов	Инженер	9								
9.	Обсуждение и оценка эффективности результатов	Руководитель, Инженер	5					 			
10.	Составление пояснительной записки	Инженер	6								
11.	Подготовка к защите	Инженер	7								



– руководитель;



– инженер.

В результате выполнения подраздела был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей.

4.4 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета НИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением. В данном разделе подсчитываются следующие статьи расходов:

- материальные затраты;
- амортизационные отчисления;
- заработная плата исполнителей;
- отчисления во внебюджетные фонды;
- накладные расходы.

4.4.1 Расчет материальных затрат НТИ

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода.

Также в стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены).

Таблица 4.6 – Сырье, материалы и комплектующие изделия.

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Баллон Водорода	H ₂ , 99,99%	1	13000	13000
Баллон Аргон	Ar, 99,99%	1	9000	9000
Баллон Азот	N ₂ , 99,6 %	1	1250	1250
Всего за материалы				23250
Транспортно-заготовительные расходы (3–5%)				1760
Итого				25010

Анализ результатов проводился с помощью программ доступных бесплатно для студентов ТПУ. Таким образом, затраты на материалы включают в себя расходы на канцелярские принадлежности. В материальные затраты также включаются транспортно-заготовительные расходы (ТЗР) в пределах от 5% до 20% от общей цены материалов. Расчёт материальных затрат приведён в табл. 4.7.

Таблица 4.7 – Материальные затраты

Наименование	Цена за ед., руб.	Кол-во, шт.	Сумма, руб.
Офисная бумага, упак. 500 листов	247	1	247
Тетрадь общая, 96 л.	90	2	180
Шариковая ручка	70	2	140
Итого			567
Итого с учётом ТЗР (10%)			623,7

Таким образом общий расход по статье составит 25633,7 рублей.

4.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

При выполнении исследования дополнительное оборудование для проведения исследований не было приобретено. Все использованное оборудование являлось собственностью отделения экспериментальной физики НИИ ТПУ. Необходимо рассчитать амортизационные отчисления для использованного оборудования.

Таблица 4.7 – Затраты на оборудование

№	Наименование оборудования	Кол-во, шт.	Срок полезного использования, лет	Цены единицы оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость оборудования, тыс. руб.
1	Генератор плазмы РПГ-128	1	10	1000	1000
2	Сканирующий электронный	1	10	2000	2000

	микроскоп				
3	Профилометр (Micro Measure 3D Station)	1	12	500	500
4	Твердомер КВ-10	1	20	630	630
5	Трибометр	1	20	1000	1000
6	Ноутбук	1	5	30	30
Итого:		5185 тыс. руб.			

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации:

$$H_a = \frac{1}{n}, \quad (4.11)$$

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация:

$$A = \frac{H_a \cdot I}{12} \cdot t, \quad (4.12)$$

где I – итоговая сумма, тыс. руб.; t – время использования, мес.

Таким образом, для источника питания Applied Electronics APEL-M-5HIPIMS-1k амортизация будет составлять:

$$A = \frac{1 \cdot 1000000 \cdot 5}{12 \cdot 30 \cdot 10} = 1388,89 \text{ руб.} \quad (4.13)$$

Сканирующий электронный микроскоп:

$$A = \frac{1 \cdot 2000000}{12 \cdot 30 \cdot 10} = 555,56 \text{ руб.} \quad (4.14)$$

Профилометр (Micro Measure 3D Station):

$$A = \frac{1 \cdot 500000}{12 \cdot 30 \cdot 12} = 115,74 \text{ руб.} \quad (4.15)$$

Твердомер КВ-10

$$A = \frac{1 \cdot 630000 \cdot 2}{12 \cdot 30 \cdot 20} = 175 \text{ руб.} \quad (4.16)$$

Трибометр

$$A = \frac{1 \cdot 1000000}{12 \cdot 30 \cdot 20} = 138,89 \text{ руб.} \quad (4.17)$$

Ноутбук

$$A = \frac{1 \cdot 30000 \cdot 3}{12 \cdot 3} = 2500 \text{ руб.} \quad (4.18)$$

Суммарные затраты амортизированных отчислений:

$$A = 1388,89 + 555,56 + 115,74 + 175 + 138,89 + 2500 = 4874,08 \quad (4.19)$$

4.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

Основная заработная плата $Z_{осн}$ одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (4.20)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата, руб.; T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн. (табл. 4.4).

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (4.21)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года; при отпуске в 24 раб. дней $M = 11,35$ месяца, 5-дневная неделя; F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (таблица 4.8)

Таблица 4.8. Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	90	90
- праздничные дни	24	24
Потери рабочего времени		
- отпуск	24	24
- невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	227	227

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{ТС} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p, \quad (4.22)$$

где $Z_{ТС}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; $k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{ТС}$); k_d – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томской области).

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 4.9.

Таблица 4.9. Расчёт основной заработной платы

Исполнители	$Z_{ТС}$, руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	24960	0,3	0,3	1,3	51917	2595,85	33	85663,05

Инженер	3300	0,3	0,3	1,3	6864	343,2	91	31231,2
Итого $Z_{осн}$								116894,25

4.4.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10–15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы.

Таким образом, сумма основной заработной платы участников проекта и дополнительной будет составлять статью затрат расходов на зарплату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.23)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата, руб., $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата, по следующей формуле:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн}, \quad (4.24)$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

Таблица 4.10 – Заработная плата исполнителей НТИ

Исполнитель	Руководитель	Инженер
Основная зарплата, руб.	85663,05	31231,2
Дополнительная зарплата, руб.	12849,46	4684,68
Суммарная зарплата, руб.	98512,51	35915,88
Итого по статье, руб	134428,39	

4.4.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды (таблица 4.11) определяется по формуле:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (4.25)$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2020 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ).

Таблица 4.11 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Суммарная зарплата, руб.	Отчисления во внебюджетные фонды
Руководитель	98512,51	29552,75
Инженер	35915,88	10774,77

Итого:	40327,51
--------	----------

4.4.6 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$C_{накл} = (C_{зн} + C_M) \cdot k_{накл} \quad (4.26)$$

где $k_{накл}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 10%.

$$Z_{накл} = (134428,39 + 40327,51 + 25010) \cdot 0,10 = 19976,59 \text{ руб.} \quad (4.27)$$

4.4.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы по теме: «Азотирование стали 40x13 в плазме высокочастотного разряда», является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции.

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект по каждому варианту исполнения приведен в таблице 4.12.

Таблица 4.12 – Рассчитанный бюджет затрат НИ

Наименование статьи	Сумма, руб.
Материальные затраты НИ	25633,7
Амортизация оборудования	4874,08
Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	116894,25
Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	17534,14
Отчисления во внебюджетные фонды	40327,51
Накладные расходы	19976,59
Бюджет затрат НИ	225240,3

Как видно из таблицы основной расход составляет заработная плата исполнителей проекта, что составляет почти 60% от всей стоимости проекта.

4.5 Определение ресурсной (ресурсосберегающей) эффективности исследования

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

В качестве вариантов исполнения были выбраны ближайшие аналоги процессы азотирования в плазме ВЧ - разряда ($\Phi_{p1}=224616,57$), азотирование в соляной ванне ($\Phi_{p2}=100000$) и газовое азотирование ($\Phi_{p3}=150000$).

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{фин.п}^{исп.i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}}, \quad (4.28)$$

где $I_{фин.п}^{исп.i}$ – интегральный финансовый показатель разработки; Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

$$I_{фин.п}^{исп.1} = \frac{\Phi_{p1}}{\Phi_{max}} = \frac{225240,3}{225240,3} = 1; \quad (4.29)$$

$$I_{фин.п}^{исп.2} = \frac{\Phi_{p2}}{\Phi_{max}} = \frac{100000}{225240,3} = 0,44; \quad (4.30)$$

$$I_{фин.п}^{исп.3} = \frac{\Phi_{p3}}{\Phi_{max}} = \frac{150000}{225240,3} = 0,67. \quad (4.31)$$

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в разгах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в разгах (значение меньше единицы, но больше нуля).

Как видно выбранный метод азотирования с помощью ВЧ-генератора будет являться самым дорогим. Однако, данный расчет рассматривает эксперимент на пять образцов. Если увеличивать количество проведения экспериментов плазменное азотирование будет являться наиболее выгодным.

4.5.1 Интегральный показатель ресурсоэффективности

Оценка ресурсоэффективности проекта определялась посредством расчета интегрального критерия по формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (4.32)$$

где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности; a_i – весовой коэффициент проекта; b_i – бальная оценка проекта, устанавливаемая опытным путем по выбранной шкале оценивания.

Расставляем бальные оценки и весовые коэффициенты в соответствии с приоритетом характеристик проекта, рассчитываем конечный интегральный показатель и сводим полученные результаты в таблицу 4.13.

Таблица 4.13 – Сравнительная оценка характеристик проекта

Критерии	Весовой коэффициент	Азотирование в Ar+H ₂ +N ₂ плазме созданной ВЧ - источником	Жидкостное азотирование	Газовое азотирование
Образование диффузионного слоя	0,25	5	3	4
Равномерность процесса	0,15	5	4	3
Скорость процесса	0,15	4	5	3
Повторяемость процесса	0,13	5	3	5
Безопасность процесса	0,2	5	2	4
Надежность	0,12	4	4	4
Итого:	1	4,73	3,37	3,83

Расчет интегрального показателя для разрабатываемого проекта:

$$I_{p-ucn1} = 0,25 \cdot 5 + 0,15 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,20 \cdot 5 + 0,13 \cdot 5 + 0,12 \cdot 4 = 4,73; \quad (4.33)$$

$$I_{p-ucn2} = 0,25 \cdot 3 + 0,15 \cdot 4 + 0,15 \cdot 5 + 0,13 \cdot 3 + 0,2 \cdot 2 + 0,12 \cdot 4 = 3,37; \quad (4.34)$$

$$I_{p-ucn2} = 0,25 \cdot 4 + 0,15 \cdot 3 + 0,15 \cdot 3 + 0,13 \cdot 5 + 0,2 \cdot 4 + 0,12 \cdot 4 = 3,83. \quad (4.35)$$

4.5.2 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{ucn1} = \frac{I_{pucn1}}{I_{фин.р}} = 4,73. \quad (4.36)$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее

целесообразный вариант из предложенных (табл. 4.14). Сравнительная эффективность проекта (\mathcal{E}_{cp}):

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{исп2}}{I_{исп1}} = \frac{3,37}{4,25} = 0,79. \quad (4.37)$$

Таблица 4.14 - Сводная таблица показателей оценки ресурсоэффективности

№ п/п	Показатели	Исп.1	Исп.2	Исп.3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,44	0,67
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,73	3,37	3,83
3	Интегральный показатель эффективности	4,73	7,66	5,72
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	0,79	0,91

В результате выполнения изначально сформулированных целей раздела, можно сделать следующие выводы:

1. Результатом проведенного анализа конкурентных технических решений является выбор одного из вариантов реализации процесса азотирования, как наиболее предпочтительного и рационального, по сравнению с остальными;

2. Составлен бюджет проектирования, позволяющий оценить затраты на реализацию проекта, которые составляют 225240,3 руб;

3. По факту оценки эффективности ИР, можно сделать выводы:

3.1 Значение интегрального финансового показателя ИР составляет 1, что является показателем того, что ИР является финансово выгодной, по сравнению с аналогами;

3.2 Значение интегрального показателя ресурсоэффективности ИР составляет 4,73, по сравнению с 3,37 и 3,83;

3.3 Значение сравнительной эффективности ИР составляет 1, по сравнению с 0,791 и 0,91, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в ИР, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

Выводы по разделу «Финансовый менеджмент, ресурсосбережение и ресурсоэффективность»

Была проведена оценка коммерческого потенциала и перспективности научного исследования. Разработка была также рассмотрена с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения в сравнении с существующими на рынке конкурентами. С помощью SWOT-анализа были определены сильные и слабые стороны проекта, а также изучены рыночные возможности и угрозы. Результатом анализа стала разработка стратегия использования внутренних ресурсов для эффективного пребывания поведения во внешней среде. Помимо этого, в данном разделе разработан поэтапный план проведения научно-исследовательских работ с привязкой к исполнителю. На основе этого плана был разработан график работы, спланирован бюджет проекта.

Раздел 5 Социальная ответственность

Введение

Настоящая магистерская диссертация посвящена высокочастотному плазменному азотированию с помощью индуктивно – связанного источника плазмы. Использование индуктивно – связанного источника плазмы помогает создавать смещения напряжения на подложке. Новизна разработки состоит в исследовании влияния напряжения смещения на получаемое покрытие при азотировании в азот – аргон – водородной плазме созданной с помощью ВЧ – источника.

Азотирование - это термохимическая обработка, при которой атомарный азот диффундирует в стальную основу. Эта обработка обеспечивает не только большую твердость поверхности стали, но также повышенную стойкость к истиранию, усталости и коррозии в сочетании с хорошей ударной вязкостью и пластичностью. С помощью азотирования можно получить различные слои на поверхности стального образца: составной слой, также называемый белым слоем, и диффузионный слой. Благодаря контролю параметров плазменного процесса можно избежать образования белого слоя или получить один слой $Fe_4N-\gamma'$ или $Fe_3N-\epsilon$.

Исследование предполагает работу с высоким напряжением и различными газами (аргон, аммиак). Объектом исследования являются образцы из стали 40X13, а предметом являются структурные и функциональные свойства данной стали.

Оценка структурных и функциональных свойств проводилась с помощью ПК.

Научно-технической базой для проведения исследований стала лаборатория научно-образовательного центра Б.П. Вейнберга.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

5.1.1 Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства

Знание и строгое соблюдение правил техники безопасности являются обязательными для всего персонала. Обучение персонала технике безопасности и производственной санитарии состоит из вводного инструктажа, и инструктажа на рабочем месте ответственным лицом (ГОСТ 12.0.004-2015 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения).

Квалификационной комиссией проводится проверка знаний правил техники безопасности после обучения на рабочем месте. Проверяемому сотруднику, присваивается соответствующая его знаниям и опыту работы квалификационная группа по технике безопасности и выдается удостоверение.

Сотрудник, допущенный к работе на лабораторной экспериментальной ионно-плазменной установке должен быть не моложе 18 лет, не иметь медицинских противопоказаний, пройти вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте. К самостоятельной работе может быть допущен работник после специального обучения и проверки знаний правил электробезопасности, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы и имеющие не менее II группы по электробезопасности.

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, правил безопасной работы с химическими веществами необходимо проводить с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте – не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

При введении в эксплуатацию нового оборудования сотрудники, которые будут работать на нем, должны пройти внеплановый инструктаж по правилам эксплуатации и безопасной работе на данном оборудовании (ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты).

5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

Рациональная планировка рабочего места предусматривает четкий порядок и постоянство размещения предметов, средств труда и документации. То, что требуется для

выполнения работ чаще должно располагаться в зоне легкой досягаемости рабочего пространства, как показано на рисунке 5.1.

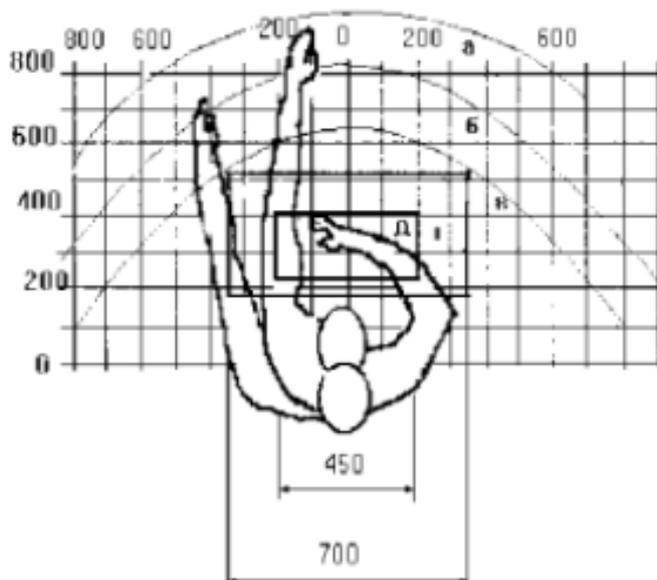


Рисунок 5.1 – Зоны досягаемости рук в горизонтальной плоскости: а – зона максимальной досягаемости рук; б – зона досягаемости пальцев при вытянутой руке – зона легкой досягаемости ладони; в – оптимальное пространство для грубой ручной работы; г – оптимальное пространство для тонкой ручной работы

Оптимальное размещение предметов труда и документации в зонах досягаемости рук:

- дисплей размещается в зоне а (в центре);
- клавиатура – в зоне г/д;
- системный блок размещается в зоне б (слева);
- принтер находится в зоне а (справа);
- документация – в зоне легкой досягаемости ладони
- слева в зоне в(слева) размещается литература и документация, необходимая при работе;
- в выдвижных ящиках стола размещается литература, которая не используется постоянно.

Для проектирования письменного стола должны быть учтены следующие требования:

- высота рабочей поверхности стола рекомендуется в пределах 680-800 мм;
- высота рабочей поверхности, на которую устанавливается клавиатура, должна быть 650 мм;
- рабочий стол должен быть шириной не менее 700 мм и длиной не менее 1400 мм;

- пространство для ног высотой не менее 600 мм, шириной – не менее 500 мм, глубиной на уровне колен – не менее 450 мм и на уровне вытянутых ног – не менее 650 мм.

Рабочее кресло должно быть подъёмно–поворотным и регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки до переднего края сиденья. Рекомендуется высота сиденья над уровнем пола 420-550 мм. Конструкция рабочего кресла должна обеспечивать: ширину и глубину поверхности сиденья не менее 400 мм; поверхность сиденья с заглублённым передним краем. Монитор должен быть расположен на уровне глаз оператора на расстоянии 500-600 мм. Согласно нормам, угол наблюдения в горизонтальной плоскости должен быть не более 45 градусов к нормали экрана. Лучше если угол обзора будет составлять 30 градусов. Кроме того, должна быть возможность выбирать уровень контрастности и яркости изображения на экране [56].

Должна предусматриваться возможность регулирования экрана:

- по высоте +3 см;
- по наклону от 10 до 20 градусов относительно вертикали;
- в левом и правом направлениях.

5.2 Производственная безопасность

При работе на экспериментальной ионно-плазменной установке, предназначенной для плазменного азотирования имеют место опасные и вредные производственные факторы [57, 58]:

- опасные уровни напряжения в электрических цепях, замыкание которых может привести к поражению человека электрическим током (силовые цепи вакуумных насосов – 380В, цепи питания приборов – 220 В);

- химические вещества в газообразном состоянии.

При работе с плазмохимическим реактором:

- повышенная пожароопасность при работе с аммиаком.

Основные элементы производственного процесса, формирующие опасные и вредные факторы при работе с вакуумной установкой и нормативные документы, их регулирующие [58–64], сведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы при работе с экспериментальной ионно-плазменной установкой

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Экспертиза	
Повышенный уровень шума	-	+	-	ГОСТ 12.1.029-80 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства и методы защиты от шума. Классификация»
Отсутствие естественного света	+	+	+	СанПин 23-05-95 «Естественное и искусственное освещение»
Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	СанПиН 2.2.4.548-96. «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений»
Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	-	+	-	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность.»
Фактор, обладающий свойствами химического воздействия на организм.	-	+	-	ПНД Ф 12.13.1-03 «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)», ПОТ Р М-004-97 «Межотраслевые правила по охране труда при использовании химических веществ»

5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов

1. Повышенный уровень шума

Основными источниками шума при работе на ионно-плазменной установке являются вытяжка, форвакуумный и турбомолекулярный насосы. Основная вытяжка работает постоянно, а дополнительная включается при удалении образцов из камеры. Форвакуумный насос работает только во время создания вакуума в камере, шум от которого не более 50 дБ, что соответствует допустимому уровню шума в лабораториях для проведения научных экспериментов, который не должен превышать 60 дБ [65]. Турбомолекулярный насос изолирован от оператора, так как расположен в подвальном помещении. Поэтому вклад в изменение уровня шума турбомолекулярный насос не вносит.

Шум является очень важным фактором, влияющим на организм человека. Повышенный уровень шума вызывает проблемы со здоровьем, например, тугоухость, глухоту, оказывает неблагоприятное воздействие на психику и центральную нервную систему человека. В результате его воздействия у человека появляются симптомы переутомления и истощения нервной системы. Под влиянием шума учащаются пульс и дыхание, повышается расход энергии, наблюдаются подавленное настроение, понижение внимания, задерживаются интеллектуальные процессы, повышается нервная возбудимость. В целом, можно заключить, что шум снижает работоспособность и производительность труда персонала [65].

Рекомендуется использовать следующие средства коллективной защиты: акустические экраны, перегородки, объемные поглотители звука, виброизолирующие опоры; средства индивидуальной защиты: специальные наушники, вкладыши в ушную раковину, противощумные каски.

В качестве материалов для шумозащитных экранов применяют минеральную вату, композитные материалы, пластмассы, поликарбонаты, древесина, металлы, кирпичную кладку, бетон.

2. Отсутствие естественного света

Согласно СП 52.13330.2016 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения должна быть 200 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 [67].

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.

При анализе структурных и функциональных свойств материалов использовался персональный компьютер. Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 освещенность на поверхности стола в зоне размещения рабочего документа должна быть 300 — 500лк. Освещение не должно

создавать бликов на поверхности экрана. Освещенность поверхности экрана не должна быть более 300 лк.

2.2 Расчет светильников и их размещение

Производственное помещение, где располагается экспериментальная ионно-плазменная установка, имеет следующие параметры (таблица 5.2).

Таблица 5.2 – Параметры помещения

Длина (A), м	Ширина (B), м	Высота (H), м	Высота рабочей поверхности над полом (h_{pn}), м
5,7	4,3	3,7	0,8

Согласно СНиП 23-05-95, необходимо создать освещенность данного помещения не ниже $E_H = 200$ лк, в соответствии с характеристикой зрительной работы (грубая, очень малой точности).

Рассчитаем площадь помещения S :

$$S = A \cdot B = 5,7 \cdot 4,3 = 24,51 \text{ м}^2. \quad (5.1)$$

Коэффициент отражения свежепобеленных стен с окнами, без штор $\rho_c=50\%$, свежепобеленного потолка $\rho_{II}=70\%$. Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_z = 1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z= 1,1$.

Выбираем лампу дневного света OSRAM DULUX L 32W/840 2G11, световой поток которой равен $\Phi_{лд} = 2900$ Лм.

Выбираем светильники ССП-158 32Вт 4000К IP65 LLT 4690612008950 Этот светильник имеет одну лампу мощностью 32 Вт, длина светильника равна 1150 мм, ширина – 60 мм.

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

Определяем расчетную высоту светильника над рабочей поверхностью по формуле:

$$h = H - h_c - h_{pn} = 3,7 - 0,3 - 0,8 = 2,6 \text{ м}. \quad (5.2)$$

Расстояние между соседними светильниками или рядами светильников L рассчитываем по формуле:

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 2,6 = 2,86 \text{ м}. \quad (5.3)$$

Расстояние от крайнего ряда светильников до стены:

$$L/3 = 0,953 \text{ м}.$$

Определяем число рядов светильников $n_{ряд}$ в помещении и количество светильников в ряду $n_{св}$:

$$n_{ряд} = \frac{(B - \frac{2}{3}L)}{L} + 1 = \frac{(4,3 - \frac{2}{3} \cdot 2,86)}{2,86} + 1 \approx 2. \quad (5.4)$$

$$n_{св} = \frac{(A - \frac{2}{3}L)}{l_{св} + 0,5} = \frac{(5,7 - \frac{2}{3} \cdot 2,86)}{1,150 + 0,5} \approx 2. \quad (5.5)$$

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

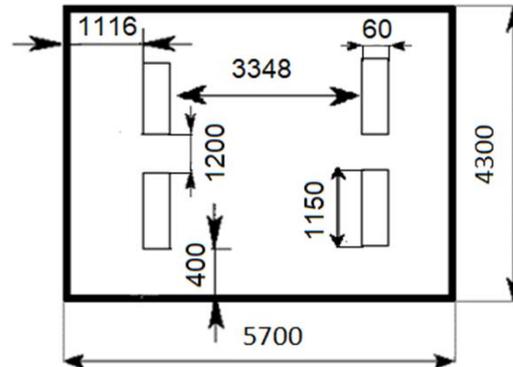


Рисунок 5.2 – План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами

Индекс помещения определяется по формуле:

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{5,7 \cdot 4,3}{2,6 \cdot (5,7 + 4,3)} = 0,94 \quad (5.5)$$

Для коэффициентов отражения берутся приблизительные значения:

= 50% и потолка = 30%. Значения коэффициента использования светового потока светильников с люминесцентными лампами примем равным 53 %.

Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{п} = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{200 \cdot 5,7 \cdot 4,3 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{4 \cdot 0,53} = 2861,42 \text{ лм} \quad (5.6)$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{лд} - \Phi_{п}}{\Phi_{лд}} \cdot 100\% \leq 20\%; \quad (5.7)$$

$$\frac{\Phi_{лд} - \Phi_{п}}{\Phi_{лд}} \cdot 100\% = \frac{2900 - 2861,42}{2900} \cdot 100\% = 1,3\%. \quad (5.8)$$

Таким образом: $-10\% \leq 1,3\% \leq 20\%$, необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

Таким образом, в производственном помещении площадью 25,51 м², где ведутся работы с установкой, в соответствии с характеристикой зрительной работы (грубая, очень

малой точности), для создания освещенности данного помещения не ниже $E_H = 200$ лк, необходимо четыре светильника ССП-158 (две лампы мощностью 32 Вт каждая).

Определяем электрическую мощность осветительной установки:

$$P = 4 \cdot 32 = 128 \text{ Вт}$$

3. Повышенное значение напряжения в электрической цепи

Неисправность проводки установки может стать причиной поражения электрическим током. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Пороговый не отпускающий ток составляет 50 Гц (6–16 мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется путем проведения организационных, инженерно-технических и лечебно-профилактических мероприятий [68].

Источником опасности в помещении лаборатории 101 является ионно-плазменная установка. Так как поражение электрическим током может произойти при прикосновении к токоведущим частям, находящимся под напряжением, на которых остался заряд или появилось напряжение.

Электробезопасность должна обеспечиваться конструкцией электроустановок, техническими способами и средствами защиты. Электроустановки и их части выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и электромагнитных полей, и соответствовать требованиям электробезопасности.

Согласно ГОСТ 12.2.003-91 Используемое помещение относится к 3 классу с повышенной опасностью, так как в данном помещении возможно одновременное прикосновения человека к имеющей соединение с землей металлоконструкцией здания с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования, с другой стороны. Также присутствует ядовитый взрывоопасный газ. Граничные значения напряжений, при повышении которых требуется выполнение защиты от косвенного прикосновения для помещений с повышенной опасностью составляет >25 В переменного тока и >60 В постоянного тока [68].

Для предотвращения поражения электрическим током следует проводить следующие мероприятия:

1. содержать оборудование в работоспособном состоянии и эксплуатировать его в соответствии с нормативно-техническими документами;
2. своевременно проводить техническое обслуживание;
3. соблюдать технику безопасности при работе с оборудованием;
4. проводить инструктаж для работников.

В качестве мероприятий по обеспечению безопасности работы с электрооборудованием могут быть использованы:

1. изоляция токоведущих частей;
2. малое напряжение в электрических цепях;
3. защитное заземление, зануление, защитное отключение;
4. применение разделяющих трансформаторов;
5. использование оболочек и блокировок для предотвращения возможности случайного прикосновения к токоведущим частям и ошибочных действий или операций;
6. защитные средства и предохранительные приспособления.

В лаборатории 101, где проводилась работа на ионно-плазменной установке, имеются следующие индивидуальные средства защиты:

- основные: изолирующие клещи и электроизмерительные указатели напряжения, диэлектрические перчатки;
- дополнительные: диэлектрические галоши, диэлектрические коврики, изолирующие подставки.

Безопасным для организма человека можно считать переменный ток силой не выше 0,05 А ток силой более 0,05 - 0,1 А опасен и может вызвать смертельный исход.

Безопасным напряжением для человека считается напряжение 42 В в нормальных условиях и 12 В в условиях повышенной опасностью (сырость, высокая температура, металлические полы и др.).

4. Отклонение показателей микроклимата в помещении

При работе установки включены охлаждающие системы и одновременно с этим процессом происходит, нагрев вакуумной камеры, что приводит к изменению микроклимата в помещении. Параметрами, характеризующими микроклимат, являются:

1. температура воздуха;
2. относительная влажность воздуха;
3. скорость движения воздуха.

Выполняемые работы относятся к 6 категории работ. К данной категории относятся работы с интенсивностью энергозатрат 121–150 ккал/ч (140–174 Вт), производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

Температура наружных поверхностей технологического оборудования, ограждающих устройств, с которыми соприкасается в процессе труда человек, не превышает 45 °С.

Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений представлены в таблице 5.3.

Таблица 5.3 - Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	21-23	60-40	0,1
Теплый	22-24	60-40	0,1

Для создания оптимальных метеорологических условий применяется кондиционер, который поддерживает оптимальные параметры микроклимата автоматически, независимо от меняющихся условий. В холодное время года для поддержания в помещении оптимальной температуры воздуха применяется отопление.

5. Фактор, обладающий свойствами химического воздействия на организм.

Химические вещества, используемые при азотировании стали, находятся в газообразном состоянии. При выполнении работ на установке, есть опасность проникновения этих химических веществ в организм человека через органы дыхания, глаза, поверхности ран, желудочно-кишечный тракт, кожу, и возникновения при этом местных или общих поражений. В результате этого могут быть поражены внутренние органы, нервная система и головной мозг. В таблице 5.4 приведены некоторые вещества, используемые при работе на вакуумной установке, их характеристики, воздействие данных веществ на человека и меры оказания первой медицинской помощи при проявлении признаков отравления данными веществами.

Для обеспечения безопасности при работе на вакуумной установке используются следующие технические способы и средства коллективной и индивидуальной защиты:

- средства защиты органов дыхания (респираторы, противогаз, защитная маска);
- вытяжная вентиляция;
- дополнительная вытяжная вентиляция над камерой;
- средство защиты глаз (очки).

Также персонал, при работе на установке, должен быть обеспечен спецодеждой (халат х/б, перчатки резиновые, нарукавники пластиковые (дежурные), спецобувь (сапоги) [69].

Таблица 5.4 – Характеристики веществ, используемых при работе на ускорителе, их воздействие на человека и меры оказания первой медицинской помощи при проявлении признаков отравления

Наименование	Характеристика	Воздействие на человека	Оказание первой мед помощи при отравлении
Аргон	Бесцветный газ без цвета и запаха	При давлении 4 атм. вызывает оцепенение, нервно-мышечные расстройства, затуманенность мышления	Свежий воздух, покой. Обратиться за медицинской помощью.
Азот	Бесцветный газ без цвета и запаха	При давлении 1 атм. вызывает сонливость, затуманенность мышления, при резком увеличении концентрации в атмосфере может вызвать азотную асфиксию	Свежий воздух, покой. Обратиться за медицинской помощью. При затруднении дыхания вызвать скорую помощь
Аммиак	Бесцветный газ с резким запахом	Токсичен, вызывает кашель, удушье.	Изоляция от рабочего помещения всего персонала. Доступ к свежему воздуху. В случае удушья, обеспечить доступ к свежему воздуху. Обратиться за медицинской помощью.

5.2.2 Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов

Условия эксплуатации вакуумной установки следующие:

- численность работающих на установке: 2-4 человека;
- производственный шум: менее 50 дБ;
- уровень вибрации: отсутствует;
- загрязненность и запыленность воздушной среды: отсутствует;
- влажность воздуха: 45%;
- скорость движения воздуха: 0,2 м/с;
- электромагнитные излучения: отсутствуют;
- классификация помещения по степени опасности поражения электрическим током: повышенной опасности;
- наличие химических веществ в сжатом виде в отдельных секторах с дополнительной вентиляцией.

В производственном помещении, где расположена вакуумная установка, оптимальные величины температуры воздуха и его относительной влажности соблюдается. Повышенная скорость движения воздуха объясняется постоянной работой вытяжной вентиляции, которая

обеспечивает удаление из помещения загрязненного воздуха, поскольку в ходе технологического процесса и при обслуживании установки в воздухе присутствуют пары диффузионного масла, этилового спирта (используется для обезжиривания компонентов установки).

При работе форвакуумного (механического) насоса в воздух выбрасываются пары масла, которые относятся к углеводородам, и также вредно влияют на организм. Для удаления выхлопного газа форвакуумного насоса, содержащего пары масла, используется трубопровод, по которому выхлоп выводится за пределы рабочих помещений.

Для защиты от высокого напряжения, формируемому узлами установки, используются коллективные и индивидуальные средства защиты. Предлагаемыми средствами коллективной защиты от данного опасного фактора являются: информационные таблички, размыкатели и встроенная в генераторе система отключения при коротком замыкании, защитное заземление. В качестве средства индивидуальной защиты должны использоваться диэлектрические перчатки, штанги для снятия остаточного напряжения, и диэлектрические коврики [62].

5.3 Экологическая безопасность

Воздействие на атмосферу

Выбросы газообразных веществ в атмосферу происходят только через вытяжную систему при наличии фильтров. Все газы безопасны для окружающей среды. Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух).

Воздействие на гидросферу

Воздействие на гидросферу не оказывается, поскольку вода используется только для охлаждения паромасляного насоса ускорителя без контакта с загрязняющими веществами. Радиоактивные отходы в производственном процессе не образуются.

Воздействие на литосферу

Накапливаемые производственные отходы складываются в стальной бак на входе в производственное помещение и далее утилизируются. Организация сбора, вывоза, утилизации и переработки бытовых и промышленных отходов является полномочиями органов местного

самоуправления в области обращения с отходами и регулируется Федеральным законом Российской Федерации от 24 июня 1998 года № 89-ФЗ «Об отходах производства и потребления», Федеральным законом от 10 января 2002 года № 7-ФЗ «Об охране окружающей среды», Федеральным законом от 30 марта 1999 года № 52-ФЗ «О санитарно – эпидемиологическом благополучии населения», а также санитарно-эпидемиологическими правилами и нормативами [70].

По мере отработки, в источнике питания и в насосах меняется масло. Согласно п.6. ГОСТ Р 56828.42-2018 [71], обращение с отходами отработанных масел включает следующие основные этапы:

- сбор отработанных масел;
- накопление или хранение отработанных масел отдельно или в смеси;
- транспортирование отработанных масел;
- подготовка отработанных масел к утилизации;
- утилизация отработанных масел;
- обращение с вторичными отходами.

Отработанное масло с насосов установки сливается в емкости, не хранится в помещении, а сдается в Отдел главного инженера ТПУ, в основные задачи которого входит осуществление производственного экологического контроля в области охраны окружающей среды и экологической безопасности в целях обеспечения выполнения в процессе хозяйственной и иной деятельности мероприятий по охране окружающей среды, рациональному использованию природных ресурсов, а также в целях соблюдения требований в области охраны окружающей среды, установленных законодательством в области охраны окружающей среды [25, п.3.7], и утилизируется в соответствии с правилами утилизации [71].

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

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

В данном помещении используются (обрабатываются) негорючие вещества и горючие газы, жидкости и твердые вещества, которые сжигаются или утилизируются в качестве топлива. Также в данном помещении расположены баллоны с инертными газами (азот, аргон, водород, аммиак).

Работники допускаются к работе только после прохождения инструктажа о мерах пожарной безопасности, во всех помещениях вывешены таблички с указанием номера телефона вызова пожарной охраны и таблички с направлением пути эвакуации и план эвакуации.

В лаборатории расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)- АВСЕ-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000 вольт).

Причинами возникновения пожара могут быть:

1. Нарушение правил эксплуатации электрического оборудования;
2. Курение в неустановленных местах;
3. Перегрузка электрических сетей;
4. Нарушение правил пожарной безопасности;
5. Неправильное хранение возгорающих веществ.

При работе на установке используются баллоны с аргоном и аммиаком, водородом. Эксплуатация баллонов связана с рядом опасных факторов. Наполненный сжатым газом баллон обладает большой энергией, и если в нем образуется отверстие, то газ истекает из него с критической скоростью.

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны. В целях безопасности, выполнены общие правила эксплуатации баллонов:

1. Баллоны установлены вертикально и надежно закреплены в таком положении металлическим хомутом, а также защищены от падения на них сверху каких-либо предметов.

2. Баллоны с газом, устанавливаемые в помещении, находятся от радиаторов отопления и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. При невозможности выдержать необходимое расстояние, необходимо применять защитные экраны, предохраняющие баллоны от местного разогрева, располагая баллон не ближе 0.1 м от экрана. Установленные баллоны также необходимо предохранять от действия солнечных лучей [72].

3. Выпуск газов из баллона производится через редуктор, предназначенный исключительно для данного газа и окрашенный в соответствующий цвет [73].

В процессе работ на ионно-плазменной установке могут возникнуть аварийные чрезвычайные ситуации:

- короткое замыкание в силовых цепях питания оборудования;
- разгерметизация газовых баллонов (возникает опасность взрыва);
- отключение подачи холодной воды;
- возникновение пожара.

При коротком замыкании в силовых цепях питания оборудования необходимо:

- отключить пульт управления ускорителя от сети;
- обесточить ионно-плазменную установку, установив в нижнее положение ручку рубильника.

При разгерметизации баллона с аммиаком необходимо покинуть помещение, оставив включенной вентиляцию до полного исчезновения запаха.

При отключении холодной воды при работе паромасляного насоса необходимо закрыть затвор высоковакуумной откачки.

При несчастном случае с наличием пострадавших необходимо:

- принять меры по освобождению пострадавшего от действия травмирующего объекта;
- оказать пострадавшему первую помощь в зависимости от вида травм;
- поставить в известность о случившемся руководство и принять меры к эвакуации пострадавшего в лечебное учреждение или вызвать скорую (тел. 03, моб. 103).

Возможными причинами пожара на установке могут стать:

- неисправность электропроводки;
- перегрузка;
- плохие контакты;
- отсутствие воды в трубопроводе;
- плитка промасленного насоса;
- пробой конденсаторов и воспламенение масла в них.

Для предотвращения возникновения пожара применяются следующие шаги: проверка персонала на предмет знаний пожарной безопасности, выполнение работ в соответствии с правилами, плановый осмотр установок. В случае возникновения пожара, алгоритм действий персонала следующий:

- вызвать пожарный расчет (тел. 01, моб. 101);
- отключить электропитание, выключить вентиляцию;
- закрыть двери, чтобы убрать сквозняк и доступ кислорода для горения;
- воспользоваться первичными средствами пожаротушения (огнетушитель ВП, УК или П) или песком. При невозможности - начать эвакуацию людей из помещения [74];
- сообщить о пожаре администрации лаборатории и института.

Выводы по Разделу 5 Социальная ответственность

В данном разделе были рассмотрены вредные и опасные факторы при эксплуатации экспериментальной ионно-плазменной установки, а именно: повышенный уровень шума; отсутствие естественного света; повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека; повышенная пожаро- и взрывоопасность; химические вещества в газообразном состоянии. По результатам анализа вредных и опасных факторов, был определен алгоритм действий по предупреждению и возникновению чрезвычайных ситуаций, вызванных данными факторами при эксплуатации ионно-плазменной установки.

Список литературы

1. Берлин Е.В., Коваль Н.Н., Сейдман Л.А. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей. М.: Техносфера, 2012– 464с.
2. Чаттерджи-Фишер Р. Азотирование и карбонитрирование — М.: Металлургия, 1990. — 280 с.
3. Tyurin, Yuriy & Kolisnichenko, O.V.. (2020). импульсно-плазменная модификация поверхности деталей и инструмента КОМПЛЕКС ОБОРУДОВАНИЯ ИМПУЛЬСНО-ПЛАЗМЕННОЙ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ И ИНСТРУМЕНТА. (10.13140/RG.2.2.29223.29601.)
4. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. и др. Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991– 320с.
5. S.K. Singh, Ch. Naveen, Y. Venkat Sai, U. Satish, Ch. Bandhavi, Ram Subbiah, Experimental Study on Wear Resistance of AISI 347 Treated With Salt Bath Nitriding and Gas Nitriding Processes-A Review, Materials Today: Proceedings, Volume 18, Part 7, 2019, Pages 2717-2722 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.134.4>.)
6. 4. Ram Subbiah, Anand Poras, K. Ratna Babu, M. Mamatha Gandhi, K. Ramya sree, Ch. Naveen, Influence of dry sliding wear behavior and assessment of properties on treated AISI310 SS material by gas nitriding process, Materials Today: Proceedings, Volume 26, Part 2, 2020, Pages 2977-2982 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.613>.)
7. E. Roliński, 11 - Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys, Editor(s): Eric J. Mittemeijer, Marcel A.J. Somers, Thermochemical Surface Engineering of Steels, Woodhead Publishing, 2015, Pages 413-457. (<https://doi.org/10.1533/9780857096524.3.413>.)
8. Пастух И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. – Харьков: Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт». – 2006. – 364 с.
9. Берлин Е.В. Индуктивные источники высокоплотной плазмы и их технологические применения. — Москва: Техносфера, 2018.— 464 с.

10. M.T. Umemura, L.B. Varela, C.E. Pinedo, R.C. Cozza, A.P. Tschiptschin. Assessment of tribological properties of plasma nitrided 410S ferritic-martensitic stainless steels. *Wear*, Volumes 426–427, Part A, 2019 (<https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.12.092>.)
11. Maria Younus, N.U. Rehman, Spectroscopic and Langmuir probe measurements of Ar-N₂ mixture plasma in magnetic pole enhanced ICP source, *Optik*, Volume 130, 2017 (<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2016.11.013>.)
12. Ali Barkhordari, Alireza Ganjovi, Technical characteristics of a DC plasma jet with Ar/N₂ and O₂/N₂ gaseous mixtures, *Chinese Journal of Physics*, Volume 57, 2019 (<https://doi.org/10.1016/j.cjph.2018.10.017>.)
13. A. Szasz, D. J. Fabian, A. Hendry, and Z. Szaszne-Csih 1. , "Nitriding of stainless steel in an rf plasma", *Journal of Applied Physics* 66, 5598-5601 (1989) <https://doi.org/10.1063/1.343664>
14. F. El-Hossary *J. Mater. Sci. Lett.*, 11 (1992), p. 1375
15. K. Trinadh, C. Nouveau, K. Ram Mohan Rao. Effects of plasma nitriding on low alloy Cr-Mo-V steel. *Materials Today: Proceedings*, 2020 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.720>.)
16. Changjun Mao, Kunxia Wei, Xiliang Liu, Xinhao Yu, Jing Hu A novel titanium enhanced plasma nitriding for 42CrMo steel. *Materials Letters*, Volume 262, 2020 (<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127052>.)
17. Hongjian Huang, Xiaowei Wei, Haiyan He, Yuhao Wu, Jianhui Qiu, Characterization and growth kinetics of plasma nitrided layer fabricated on Incoloy 901 superalloy, *Surface and Coatings Technology*, Volume 396, 2020 (<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125960>.)
18. Xujuan Qin, Xianglong Guo, Junqiang Lu, Liangyu Chen, Jining Qin, Weijie Lu Erosion-wear and intergranular corrosion resistance properties of AISI 304L austenitic stainless steel after low-temperature plasma nitriding, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 698, 2017, Pages 1094-1101, (<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.164>.)
19. Yun-tao Xi, Dao-xin Liu, Dong Han, Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature, *Surface and Coatings Technology*, Volume 202, Issue 12, 2008, Pages 2577-2583, (<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.09.036>.)
20. Xujuan Qin, Xianglong Guo, Junqiang Lu, Liangyu Chen, Jining Qin, Weijie Lu Erosion-wear and intergranular corrosion resistance properties of AISI 304L austenitic stainless steel after low-temperature plasma nitriding, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 698, 2017, Pages 1094-1101, (<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.164>.)

21. . B. Edenhofer, Physical and metallurgical aspect of ionitriding Heat Treat. Met., 2 (1974), pp. 59-67
22. . Y. Sun, T. Bell, Plasma surface engineering of low alloy steel, Materials Science and Engineering: A, Volume 140, 1991, Pages 419-434, ([https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90458-Y.](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90458-Y.))
23. 18. Akgün Alsaran, Mehmet Karakan, Ayhan Çelik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel, Materials Characterization, Volume 48, Issue 4, 2002, Pages 323-327, ([https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(02\)00275-9.](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(02)00275-9.))
24. 19. Akgün Alsaran, Ayhan Çelik, Cafer Çelik, Determination of the optimum conditions for ion nitriding of AISI 5140 steel, Surface and Coatings Technology, Volume 160, Issues 2–3, 2002, Pages 219-226, ([https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00401-2.](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00401-2.))
25. Nishimoto, Akio & Nagatsuka, Kimiaki & Narita, Ryota & Nii, Hiroaki & Akamatsu, Katsuya. (2011). Effect of Gas Pressure on Active Screen Plasma Nitriding Response. Journal of ASTM International. 8. JAI103286. (10.1520/JAI103286.)
26. Shijing Lu, Xiaobing Zhao, Shukai Wang, Jingcai Li, Wei Wei, Jing Hu, Performance enhancement by plasma nitriding at low gas pressure for 304 austenitic stainless steel, Vacuum, Volume 145, 2017, Pages 334-339, (<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.09.020.>)
27. K. Ram Mohan Rao, K. Trinadh, Corinne Nouvea, Effects on corrosion resistance of low alloy steel after plasma nitriding at elevated temperature, Materials Today: Proceedings, 2020, (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.675.>)
28. Meshcheryakova, E.A., Kaziev, A.V., Zibrov, M.S. et al. Investigation of parameters of inductively coupled plasma and its use in steel nitriding. Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 80, 175–179 (2016) (<https://doi.org/10.3103/S1062873816020192>)
29. Hiroshi Saito, Hongjin Jung, Eiji Shamoto, Yasuhiro Hara, Tamio Hara, Suppression of tool damage in ultraprecision diamond machining of stainless steel by applying electron-beam-excited plasma nitriding, Precision Engineering, Volume 63, 2020. (<https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2020.01.005.>)
30. Радиочастотный генератор плазмы РПГ-218, ЛЦМК.205.00.00.00.000 Паспорт, 2011.
31. E. Roliński, 11 - Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys, Editor(s): Eric J. Mittemeijer, Marcel A.J. Somers, Thermochemical Surface Engineering of Steels, Woodhead Publishing, 2015, Pages 413-457. (<https://doi.org/10.1533/9780857096524.3.413.>)
32. Курзина И.А. К93 Рентгенофазовый анализ нанопорошков. Методические указания к выполнению лабораторной работы по курсу «Отрасли nanoиндустрии. Области

- применения наноматериалов» для магистрантов, обучающихся по направлению 150600 «Материаловедение и технология новых материалов» / сост. Курзина И.А., Годымчук А.Ю., Качаев А.А. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 14 с.
33. ПТИ 899–ЦКЛК–145–2013 “Работа на инвертированном микроскопе отраженного света Axiovert 200MAT. Производственно–техническая инструкция”;
34. Курзина И.А. К93 Рентгенофазовый анализ нанопорошков. Методические указания к выполнению лабораторной работы по курсу «Отрасли nanoиндустрии. Области применения наноматериалов» для магистрантов, обучающихся по направлению 150600 «Материаловедение и технология новых материалов» / сост. Курзина И.А., Годымчук А.Ю., Качаев А.А. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 14 с.
35. Определение твердости металлов и сплавов: Методическое руководство к выполнению лабораторной работы / Сост. : А. В. Павлов, А. Г. Уфаев; ФГБОУ ВО «Саратовский ГАУ им. Н. И. Вавилова». – Саратов, 2016. – 20 с.
36. . Санников А.А., Исаков С.Н. Лабораторные работы по трибологии и триботехнике, Методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов направлений 15.03.02, 23.03.02, 190109
37. . Жерин И.И. Основы Электрохимических методов анализа / И.И Жерин [и др.]. - Томск: Томский политехнический университет, 2013. - 101 с.
38. MoS₂/CdS heterojunction with high photoelectrochemical activity for H₂ evolution under visible light: the role of MoS₂ / Y. Liu, Y.-X. Yu, W.-D. Zhang // J. Phys. Chem. C. - 2013. - Vol. 117, Iss 25. - P. 12949-12957.
39. Alves C., de Araújo O.F., de Sousa M.R.R. (2013) Comparison of Plasma-Assisted Nitriding Techniques. In: Wang Q.J., Chung YW. (eds) Encyclopedia of Tribology. Springer, Boston, MA. (https://doi.org/10.1007/978-0-387-92897-5_716)
40. Hongyu Shen, Liang Wang, Mechanism and properties of plasma nitriding AISI 420 stainless steel at low temperature and anodic (ground) potential, Surface and Coatings Technology, Volume 403, 2020, 126390, ISSN 0257-8972 (<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126390>.)
41. Keijiro Nakasa, Sande Gao, Akihiro Yamamoto, Tsunetaka Sumomogi, Plasma nitriding of cone-shaped protrusions formed by sputter etching of AISI 420 stainless steel and their application to impression punch to form micro-holes on polymer sheets, Surface and Coatings Technology, Volume 358, 2019, Pages 891-899, (<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.027>.)

42. ПТИ 899–ЦКЛК–145–2013 “Работа на инвертированном микроскопе отраженного света Axiovert 200MAT. Производственно–техническая инструкция”;
43. Волкова Е.В., Оболенский С.В. Метод Монте-Карло в задачах моделирования структуры кластеров радиационных дефектов. Применение технологии высокопроизводительных вычислений. Учебное пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2014. – 81.
44. K. Nakasa, A. Yamamoto, R. Wang, T. Sumomogi, Effect of plasma nitriding on the strength of fine protrusions formed by sputter etching of AISI type 420 stainless steel Surf. Coat. Technol., 272 (2015), pp. 298-308.
45. S.M. Walley, J.E. Field, Strain rate sensitivity of polymers in compression from low to high rates.
46. Akgün Alasaran, Mehmet Karakan, Ayhan Çelik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel, Materials Characterization, Volume 48, Issue 4, 2002, Pages 323-327, ([https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(02\)00275-9](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(02)00275-9))
47. B. Edenhofer, Physical and metallurgical aspect of ionitriding Heat Treat. Met., 2 (1974), pp. 59-67
48. Hiroshi Saito, Hongjin Jung, Eiji Shamoto, Yasuhiro Hara, Tamio Hara, Suppression of tool damage in ultraprecision diamond machining of stainless steel by applying electron-beam-excited plasma nitriding, Precision Engineering, Volume 63, 2020. (<https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2020.01.005>.)
49. ГОСТ 27674-88.
50. R.A. Higgins, Properties of Engineering Materials (2nd edition), Edward Arnold, London, Great Britain (1994).
51. A. Popelka, I. Novák, M.A.S.A. Al-Maadeed, M. Ouederni, I. Krupa, Effect of corona treatment on adhesion enhancement of LLDPE, Surf. Coat. Technol., 335 (2018), pp. 118-125
52. C.X. Li, T. Bell, Corrosion properties of plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions, Corrosion Science, Volume 48, Issue 8, 2006, Pages 2036-2049 (<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.08.011>.)
53. Hongyu Shen, Liang Wang, Corrosion resistance and electrical conductivity of plasma nitrided titanium, International Journal of Hydrogen Energy, Volume 46, Issue 19, 2021, Pages 11084-11091, (<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.08.242>.)
54. Oriana Palma Calabokis, Yamid Núñez de la Rosa, Carlos M. Lepienski, Rodrigo Perito Cardoso, Paulo César Borges, Crevice and pitting corrosion of low temperature plasma

- nitrided UNS S32750 super duplex stainless steel, *Surface and Coatings Technology*, Volume 413, 2021, 127095, (<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127095>).
55. H. Kovacı, Y.B. Bozkurt, A.F. Yetim, Ö. Baran, A. Çelik, Corrosion and tribocorrosion properties of duplex surface treatments consisting of plasma nitriding and DLC coating, *Tribology International*, Volume 156, 2021, 106823, (<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106823>.)
56. СП 2.4.3648-20 "Санитарно-эпидемиологические требования к организациям воспитания и обучения, отдыха и оздоровления детей и молодежи.
57. СП 52.13330.2016. Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95.
58. ГОСТ 12.1.029-80 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства и методы защиты от шума. Классификация»
59. СанПин 23-05-95 «Естественное и искусственное освещение»
60. СанПиН 2.2.4.548-96. «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений»
61. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность.»
62. ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
63. ПНД Ф 12.13.1-03 «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)»
64. ПОТ Р М-004-97 «Межотраслевые правила по охране труда при использовании химических веществ»
65. Суворов, Г.А. Шум и здоровье (эколого-гигиенические проблемы) / Г.А. Суворов, Л.В. Прокопенко, Л. Д. Якимова - М: Союз, 1996. - 150 с.
66. ГОСТ 12.1.003–83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.
67. Юдин Е.Я. Охрана труда в машиностроении - И: Машиностроение, 1983. - 432 с.
68. ГОСТ 12.1.038-82 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов (с Изменением N 1). – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001.
69. ГОСТ 12.1.007-76. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности. – 12 с.
70. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы СанПиН 2.1.7.1322-03 «Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления».

71. ГОСТ Р 56828.42-2018 Наилучшие доступные технологии. Утилизация отработанных масел. Показатели для идентификации.
72. Электронный фонд правовой и нормативно-технической документации. Инструкция по охране труда при хранении и эксплуатации газовых баллонов [Электронный ресурс] – Режим доступа <http://docs.cntd.ru/document/1200039245>, свободный.
73. Инструкция №15326-006-11 по охране труда при эксплуатации баллонов со сжатым и сжиженным газом.
74. ГОСТ 22.0.01-94. Безопасность в ЧС. Основные положения.
75. ГОСТ 12.0.004-2015 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.
76. ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
77. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов.
78. ПУЭ-7 п.1.7.100-1.7.103 Заземляющие устройства электроустановок напряжением до 1 кВ в сетях с глухозаземленной нейтралью.
79. ПОТ Р М-016-2001 РД 153-34.0-03.150 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок. Москва, 2001
80. Постановление 2 об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 1.2.3685-21 "Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания".
81. Положение об Отделе главного инженера Управления эксплуатации объектов Томского политехнического университета. ТПУ, 2020.

Приложение А

(Справочное)

Nitriding of 40x13 steel in RF plasma

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Клименко Ольга Ивановна		

Руководитель ВКР:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

Консультант – лингвист отделения иностранных языков школы ШБИП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения иностранных языков ШБИП	Зеремская Юлия Александровна	к. филол. н.		

Contents

1. Nitriding of steels.....113

 1.1 Nitriding of steels: process description and nitriding methods113

 1.2 Ion-plasma nitriding115

 1.3 RF nitriding of steels.122

Reference125

The aim of the work is to obtain data on the effect of the displacement potential on the structural and functional properties of 40x13 steel during RF plasma nitriding.

1. Nitriding of steels

1.1 Nitriding of steels: process description and nitriding methods

Nitrogen is plentiful on Earth, but in nature, it exists as a diatomic molecule, chemically inert and too large to penetrate to the surface. Therefore, nitriding technologies focus on the source of nascent (atomic) nitrogen. Nitriding is the process of diffusion of nitrogen atoms into the surface of various metals or alloys. Saturation of the surface with nitrogen can significantly improve various important characteristics, for example, such as strength, hardness, wear resistance, fatigue and corrosion resistance of steels and alloys. The composition and structure of the materials used for nitriding can affect the ability of this material to change its properties under the action of the nitriding process. The uniformity of nitriding and the growth of the nitride zone is mainly affected by the purity of the surface of the original product, that is, **its morphology after mechanical or other processing**. Classes of steel to which the nitriding process can be applied: pearlite, ferritic, austenitic, martensitic – aging, etc. [1].

Nitriding processes are classified according to:

- aggregate state of the medium: gas, liquid and solid (pastes or powders);
- process temperature: 400-600 °C (low-temperature nitriding for structural and tool steels); 600-1200 °C (high-temperature nitriding for high-temperature steels and refractory metals such as Ti, Mo, Nb, V, etc.);
- composition of the working medium: dissociated ammonia, molten cyanide cyanate salts, gas nitrogen-hydrogen mixtures with the addition of argon, oxygen and carbon-containing gases;
- pressure in the reactor: nitriding at high and low pressure, as well as with pulsed gas supply to the chamber;

- method of energy supply: heating by convection, radiation, low-temperature plasma, induction and direct laser action;
- type of technological equipment: crucible, shaft, chamber, vacuum furnaces;
- structure of the resulting diffusion layers on the steel surface: nitriding to obtain a composite layer containing regions of nitrides and solid solution, nitriding to obtain only a region of solid solution without a nitride layer on the surface.

Three traditional nitriding methods are widely used on an industrial scale:

- nitriding in a salt bath (liquid medium) is a thermochemical process in which nitrogen and carbon simultaneously diffuse into the surface of a material. The source of nitrogen is molten salt. Salt baths are dangerous for the environment and for the personal safety of people. The main advantage of the process is the rapid heating of the work material. In the study [4], nitriding of AISI 310 steel (the samples were previously austenite) resulted in a significantly higher hardness of 835 HV compared to the initial material having 350 HV. The wear resistance of the material was improved;
- gas nitriding with ammonia (NH_3). Heat treatment process in which nitrogen penetrates the metal surface to create hardened surface. The traditional version of the process based on measuring the rate of dissociation of ammonia into its constituent gases nitrogen and hydrogen. The resulting nitrogen diffuses into the solution to form metal nitrides. In work [5], gas nitriding of AISI 310 steel was carried out. After nitriding, the material's wear resistance was improved, and its hardness increased from the original 350 to 1187 HV.
- plasma (ion-plasma) nitriding, where molecular nitrogen (N_2) dissociates into ions in electromagnetic or electrostatic fields. The surface modification of the processed product occurs due to the arrival of atomic

nitrogen on the surface and bombardment with nitrogen ions from the gas discharge plasma, implantation of its atoms through this surface and further diffusion deep into the part. Ion-plasma nitriding is realized in a low-pressure gas medium when electric discharges are excited in the working chamber under the action of an electric field between the electrodes. Modification objects are used as one of the electrodes – the surfaces of processed (saturated) parts.

1.2 Ion-plasma nitriding

Ion-plasma nitriding has the following advantages over other methods:

- high surface saturation rate with nitrogen;
- obtention of diffusion layer of a given phase composition and structure, the possibility of conducting controlled nitriding processes;
- minor deformations of products during processing and a high class of surface cleanliness;
- possibility of nitriding of surface-passivating materials without additional depassivation treatment;
- significant reduction of the total process time by reducing the heating and cooling time of the cage and eliminating intermediate technological operations for activating the surface of workparts;
- greater efficiency of the process, increased power utilization, and reduced consumption of saturating gases;
- process is non-toxic and meets environmental protection requirements.

The main disadvantage of ion-plasma nitriding is that this process requires high-energy consumption, since at high pressure it is necessary to supply a high combustion voltage. Another significant disadvantage is that at high pressure, charged particles experience multiple collisions, thereby reducing their kinetic energy. The energy of these particles is not sufficient to destroy the oxide films that are formed on the surface. These plates prevent the penetration of nitrogen ions into the sample. As a rule,

hydrogen is additionally introduced into the vacuum chamber to carry out the reduction reactions, the concentration of which is usually more than 5%.

In general, the nitriding cycle consists of three main stages:

- formation of active nitrogen in the gas phase;
- adsorption and inhibition of nitrogen atoms on the surface of the product;
- nitrogen diffusion deep into the material.

Figure 1 shows the mechanism of ion-plasma nitriding.

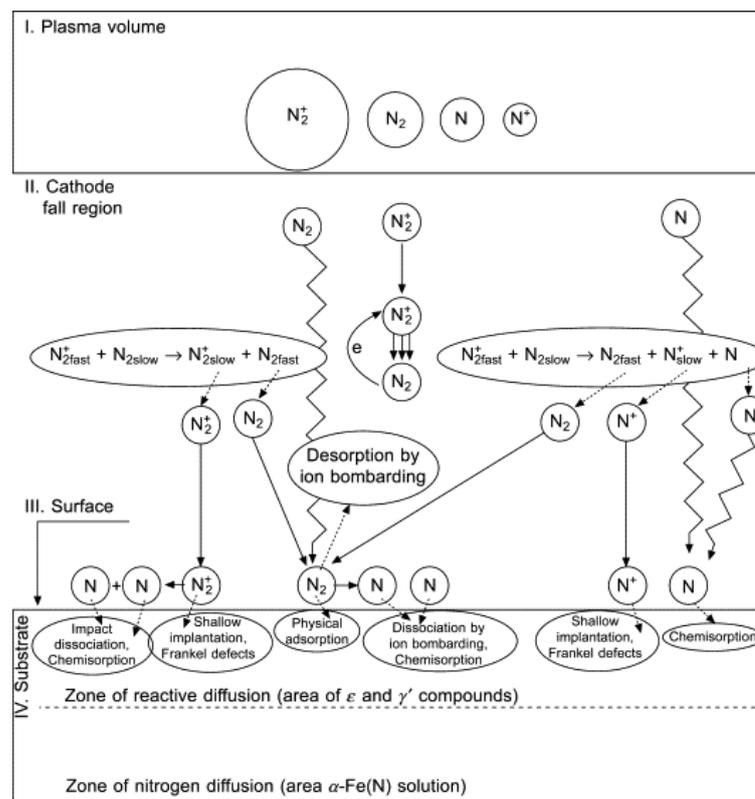


Figure 1– Scheme of the plasma nitriding mechanism [2].

Getting into the gas discharge area, nitrogen molecules dissociate with subsequent ionization. The resulting nitrogen ions collide with the cathode surface with high kinetic energy, leading to sputtering of the cathode material. Then, when the atomized iron atoms combine with nitrogen ions, iron nitride is formed, which then deposited on the sample. Iron nitride FeN is unstable, and it breaks down into iron and nitrogen ions. Then nitrogen diffuses into the sample material. Based on Figure 1 and the description of the nitriding mechanism, I distinguish three main stages in a nitriding cycle:

- formation of active nitrogen in the gas phase;
- adsorption and absorption of nitrogen atoms on the steel surface;
- diffusion of nitrogen into steel.

When the steel surface is saturated with nitrogen, multilayer diffusion layers are formed. They consist of a surface zone of a chemical compound, that is, a white layer (in some literature, it is designated as a composite zone) and a diffusion sublayer (an internal nitriding zone). The thickness of the top layer strongly depends on the chemical composition. The white layer mainly consists of a mixture of two iron nitrides: γ' -Fe₄N and ϵ -Fe₂₋₃N. On the surface, where the nitrogen content is higher, the formation of ϵ -Fe₂₋₃N is accelerated. However, as the distance from the surface to the middle of the sample increases, the ϵ -Fe₂₋₃N phase is replaced by γ' -Fe₄N, and its amount gradually decreases. The white layer will create a surface with good wear characteristics, but usually has no impact strength. The presence of γ' -Fe₄N can improve the impact strength of the layer. The white layer is quite brittle, so an increase in its thickness during nitriding is undesirable. The diffusion layer that forms under the white layer mainly consists of nitrides of alloying elements. Unlike the white layer, the diffusion layer plays a crucial role in increasing the hardness and fatigue strength of the sample. The increased hardness of nitrided steels is a result of the presence and distribution of nitrides of alloying elements. In other words, with the formation of the compound layer, nitrogen diffuses inwards and combines with the doped elements to form nitride compounds. The formation of these nitrides at grain boundaries in certain crystallographic planes leads to an increase in the hardness of the diffusion layer. The presence of nitride-forming alloying elements is necessary for high nitriding efficiency. The elements that form stable nitrides are Al, Cr, V, W, and Mo. There is also an important limit on the amount of carbon in steel, which should not exceed 0.5%. This is due to an increase in the ability of alloying elements to form carbides and a decrease in the probability of nitride formation. In addition, the diffusion layer will contain a region characterized by a solid solution in the initial microstructure of the core (α N, γ N). Multilayer diffusion layers can have a thickness of several units to tens of micrometers. To understand the changes in the structural and physical properties of the sample during

nitriding, it is necessary to take a closer look at the main phases formed on the surface and in the near-surface layer:

- α -phase is a nitrogenous ferrite with a volume-centered cubic (BCC) lattice with periods depending on the nitrogen concentration of 0.286-0.287.

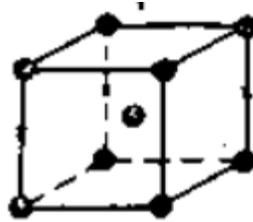


Figure 2– α – phases lattice [3].

The solubility of nitrogen in the alpha phase at eutectoid temperature does not exceed 0.1-1%, decreasing at room temperature to 0.004 wt.%;

- γ -phase (nitrogenous austenite), has a face-centered cubic (FCC) lattice with a disordered arrangement of atoms in interstices.



Figure 3- γ – phases lattice [3].

The lattice periods depend on the nitrogen concentration and are 0.361-0.366. The maximum solubility of nitrogen in the γ -phase solution is 2.8 wt.%. At a temperature of 590°C, the γ -phase decays into α - and γ' -phases

- γ' – phase corresponds to a solid solution based on Fe_4N nitride. The homogeneity zone lies in the range of 5.3-5.73 wt. % of nitrogen. The crystal γ' –phase has a FCC lattice of iron atoms with an ordered arrangement of nitrogen atoms in the centers of elementary cubes.

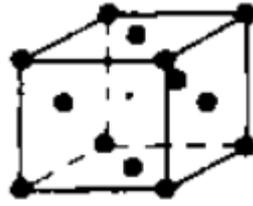


Figure 4 – γ' – phases lattice [3].

This phase is stable only up to 670 °C; at a higher temperature, it turns into an ϵ -phase;

- ϵ -phase corresponds to a solid solution based on Fe_{2-3}N . The homogeneity zone of this phase lies within a wide range of 4.55-11 wt.% of nitrogen. The basis of the crystal structure is a dense hexagonal packing of iron atoms. Nitrogen atoms are located in interstices formed in a graphite-type sub-lattice.

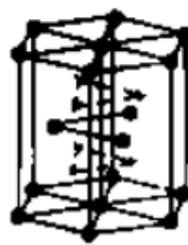


Figure 5 – ϵ – phases lattice [3].

At the temperature of 650 °C, it decomposes into γ - and γ' - phases. The nitrogen content in the eutectoid is 4.5 wt%. It should be noted that the ϵ phase is ferromagnetic

α –, γ' –, ϵ – phases and products of their decomposition have high hardness (100-300 HV). ϵ – phase has increased wear resistance and high corrosion resistance in the atmosphere and fresh water. High hardness will be possessed by the phases αN and γN . Figure 6 shows a cross section of the processed samples.

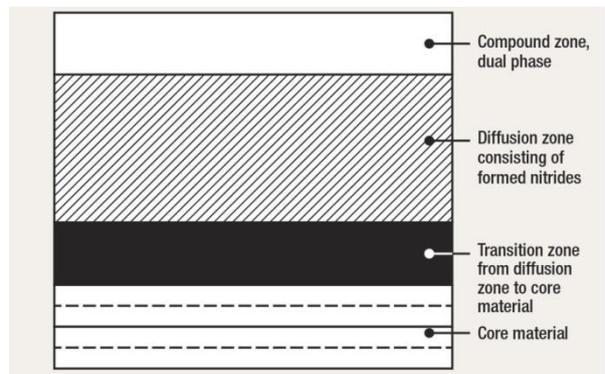


Figure 6 – Diagram of a cross section of a steel sample after nitriding [6].

The indicators that characterize the diffusion layer are:

- surface hardness;
- hardness distribution over the thickness of the nitride zone and the zone of internal nitriding;
- gradient of the change in hardness per unit of layer thickness;
- effective layer thickness as a part of the total thickness of the diffusion layer, determined by the shortest distance from the saturated surface to the measured area, characterized by the set limit nominal value of the basic parameter [7].

Figure 7 shows the installation diagram for plasma nitriding in a glow discharge.

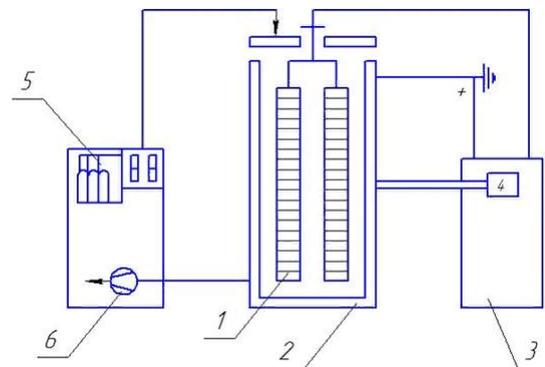


Figure 7 - installation scheme for plasma nitriding in a glow discharge:
 1 — workpiece, 2 — vacuum container, 3 — power supply unit, 4 — temperature control device, 5 — gas comb, 6 — vacuum pump [8].

In the rarefied space between the cathode (part) and the anode (vacuum container), a glow discharge is initiated in a gas medium containing nitrogen atoms and ions. Ammonia from cylinders, a mixture of nitrogen and hydrogen, or nitrogen thoroughly purified oxygen is used as a saturating atmosphere. When a glow discharge is excited, a stream of positively charged nitrogen ions rushes to the surface of the part. When ions hit the cathode, heat is generated, due to which the surface of the part is heated. Low pressure provides a uniform current density throughout the part.

Due to the sputtering action of ions, the saturation of the surface with nitrogen in a glow discharge is carried out several times more intensively with gas nitriding. An increase in the temperature of the bombarded surface occurs as a result of exposure to positively charged ions. Thus, there is no need to use special assemblies that serve as an additional method of parts. Also, the parameters affecting the saturation process, affecting the structure and properties of nitrides steels, include: product temperature, saturation duration, composition of a nitrogen-containing medium, etc. By controlling and changing these parameters of the nitriding process, it is possible to optimize the structure and properties of the nitride and diffusion zones.

With the help of ion-plasma nitriding, you can get:

- diffusion zone with a developed nitride layer, providing high resistance to corrosion and running-in ability of rubbing surfaces - for parts that work to the point of wear;
- diffusion zones without a nitride layer - for cutting, stamping tools or parts operating at high pressures with alternating loads.

With the help of ion-plasma nitriding, the following properties of the processed materials are improved:

- hardness;
- wear resistance;
- fatigue endurance;
- tribological properties;
- heat resistance;
- corrosion resistance.

In order to activate the working gas by means of plasma, microwave plasma, high-frequency, arc and glow discharges, powerful ion beams are used. None of them can claim special exclusivity, preferential or universal application. However, it should be noted that the use of a high-frequency plasma discharge makes it possible to obtain dense nitrogen plasma. Dense nitrogen plasma treatment can enhance the diffusion of nitrogen into the bulk of the steel part due to:

- an increase in the surface temperature due to ion bombardment;
- formation of defects in the crystal lattice, which in turn create additional paths for the diffusion of nitrogen into the depth of the part.

Due to this, it is possible to increase the rate of nitriding (the ratio of the thickness of the nitrided layer to the nitriding time).

1.3 RF nitriding of steels.

Nitriding with the help of an RF generator allows not increasing the nitriding temperature. This factor is especially important while nitriding stainless steel parts. Since during the nitriding process, dopant species, in particular chromium, which are introduced to increase the anticorrosive properties, can enter into a chemical reaction, forming precipitates (the formation of a solid phase (precipitate) in solution) of chromium nitride. Because of these chemical reactions, the concentration of chromium in steel will decrease, which can lead to the loss of anti-corrosion properties in parts. To avoid such situations, nitriding is carried out at low-temperatures (below 500 °C), as, for example, in [9]. On the X-ray diffraction patterns in this study, it can be observed that low-temperature nitriding does not form chromium nitride, in contrast to plasma nitriding at 530 °C.

To increase the intensity of nitrogen ion implantation and their diffusion into stainless steel, it was proposed to use inductively coupled plasma (ICP) sources. An inductively coupled plasma source (ICP) is a type of plasma source in which energy is transmitted by electric currents that are created by electromagnetic induction, that is, magnetic fields that change over time.

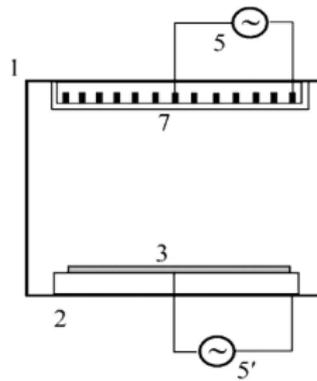


Figure 8 - Inductive plasma reactor [1].

An electric field is usually excited as an induction field, excited by a flat or cylindrical coil antenna. RF power is supplied to the antenna from generator 5. Substrate 3 is placed on substrate holder 2, which is a flat electrode. For an independent control of the energy of the ions bombarding the substrate, an RF voltage is supplied to holder 2 from an additional RF generator 5', the frequency of which may not coincide with the frequency of the main generator.

Recently, new designs of ICP sources have been proposed to improve plasma treatment reactors, including ICPs reinforced with a ferromagnetic core and an ICP source with multiple antennas for uniform plasma propagation over a large treatment area. These sources make it possible to create a slightly inhomogeneous high-density plasma (up to 10^{12} cm^{-3}) in large volumes. The electrodeless nature of the discharge guarantees a low content of impurities in the plasma and makes it easier to control the discharge power and the energy of ions incident on the processed substrate. Also important is an accurate knowledge of the dissociation fraction in N_2 discharges of ICP sources and is important for improving plasma-based processes. Due to its high binding energy, it is difficult to achieve higher N_2 dissociation. One of the favorable ways to increase the dissociation of N_2 is to introduce another gas, such as Ar or H_2 , into the N_2 discharge [10]. In the study [11], the effect of Ar and O_2 gases on various features of the plasma discharge and the process of N_2 dissociation were compared. Moreover, it was found that the Ar / N_2 gas mixture is more suitable than the O_2 / N_2 mixture for obtaining more active particles from molecular nitrogen in DC plasma jets.

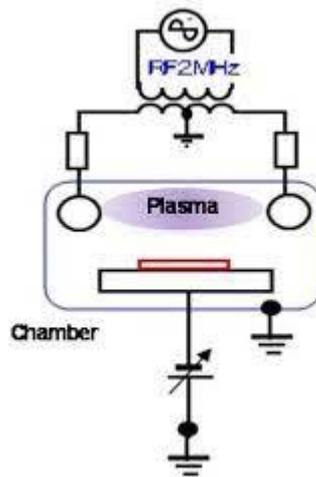


Figure 9 –Scheme of the installation for HF plasma nitriding [1].

The samples are installed in a quartz tube, where gas flows are admitted, which create operating pressure. Plasma is excited by an RF source. The sample is heated by an external heater, which maintains the temperature required for nitriding, regardless of the effect of plasma. The samples are under floating potential, which excludes the sputtering of the samples [1].

The advantages of nitriding when using an RF plasma generator include:

- control of the ions energy bombarding the workpiece during the nitriding process, regardless of plasma generation, by supplying a bias voltage source to it;
- the possibility of carrying out low-temperature nitriding, while reducing the duration of nitriding;
- creation of a dense nitrogen plasma, which in turn enhances the diffusion of nitrogen into the depth of the part;
- work at relatively low pressures. The possibility of spraying the elements of the fittings of the in-chamber device is minimized;
- processing of products of a large area and volumetric parts is possible.

The main disadvantages of the method include:

- increase of the initial cost of equipment;
- thickness of the nitrided layer is not uniform.

Reference

1. Berlin E.V., Koval N.N., Seidman L.A. Plasma chemical heat treatment of the surface of steel parts. M.: Technosphere, 2012– 464p.
2. E. Roliński, 11 - Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys, Editor(s): Eric J. Mittemeijer, Marcel A.J. Somers, Thermochemical Surface Engineering of Steels, Woodhead Publishing, 2015, Pages 413-457. (<https://doi.org/10.1533/9780857096524.3.413>.)
3. Lakhtin Yu.M., Kogan Ya.D. and other Theory and technology of nitriding. M.: Metallurgy, 1991– 320p.
4. S.K. Singh, Ch. Naveen, Y. Venkat Sai, U. Satish, Ch. Bandhavi, Ram Subbiah, Experimental Study on Wear Resistance of AISI 347 Treated With Salt Bath Nitriding and Gas Nitriding Processes-A Review, Materials Today: Proceedings, Volume 18, Part 7, 2019, Pages 2717-2722 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.134.4>.)
5. Ram Subbiah, Anand Poras, K. Ratna Babu, M. Mamatha Gandhi, K. Ramya sree, Ch. Naveen, Influence of dry sliding wear behavior and assessment of properties on treated AISI310 SS material by gas nitriding process, Materials Today: Proceedings, Volume 26, Part 2, 2020, Pages 2977-2982 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.613>.)
6. . K. Trinadh, C. Nouveau, K. Ram Mohan Rao. Effects of plasma nitriding on low alloy Cr-Mo-V steel. Materials Today: Proceedings, 2020 (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.720>.)
7. Rzhetskaya S.V. Materials Science, Moscow: Logos, 2004 .-- 424 p. - ISBN: 5-94010-307-3 (Textbook for universities. - 4th ed., Revised and additional).
8. Pastukh I.M. The theory and practice of anhydrous nitriding in a glow discharge. - Kharkov: National Scientific Center "Kharkov Institute of Physics and Technology". - 2006 .-- 364 p.
9. M.T. Umemura, L.B. Varela, C.E. Pinedo, R.C. Cozza, A.P. Tschiptschin. Assessment of tribological properties of plasma nitrided 410S ferritic-martensitic

stainless steels. *Wear*, Volumes 426–427, Part A, 2019 (<https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.12.092>.)

10. Maria Younus, N.U. Rehman, Spectroscopic and Langmuir probe measurements of Ar-N₂ mixture plasma in magnetic pole enhanced ICP source, *Optik*, Volume 130, 2017 (<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2016.11.013>.)

11. Ali Barkhordari, Alireza Ganjovi, Technical characteristics of a DC plasma jet with Ar/N₂ and O₂/N₂ gaseous mixtures, *Chinese Journal of Physics*, Volume 57, 2019 (<https://doi.org/10.1016/j.cjph.2018.10.017>.)