

УДК 620.193.1633

DOI: 10.18372/0370-2197.1(86).14490

М. Є. СКИБА, М. С. СТЕЧИШИН, М. М. ЛУК'ЯНЮК, Н. М. СТЕЧИШИНА

Хмельницький національний університет, Україна

ПЛАНУВАННЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ ПРОЦЕСУ КАРБОАЗОТУВАННЯ В ТЛІЮЧОМУ РОЗРЯДІ

В статті наведено методика планування експериментальних досліджень результатів карбоазотування в тліючому розряді, представлено блок–схему програми оптимізації технології карбоазотування в тліючому розряді по параметрам міцності і зносостійкості

Ключові слова: карбоазотування, азотування в тліючому розряді, план Хартлі, зносостійкість

ВСТУП. Дослідження впливу технологічних параметрів процесу азотування на експлуатаційні характеристики азотованих зразків показали, що всі залежності нелінійні. Застосування математичних моделей першого порядку для описування даних процесів [1; 2], можливе лише у вузькому діапазоні зміни змінних факторів, коли функція на даній ділянці може бути з достатньою точністю апроксимована прямою лінією. Тому при розв'язанні поставленої задачі прогнозування для математичного описання цих залежностей і раціонального проведення досліджень застосований метод планування експериментів – план другого порядку Хартлі [3]. Плани Хартлі відрізняються від інших планів другого порядку великою економічністю. Наприклад, при чотирьох факторному експерименті по ортогональному центрально–композиційному плані потрібно провести 25 дослідів, по уніформному рототабельному центрально–композиційному плану – 31 дослід, по композиційному плані Хартлі – 17 дослідів. Однак, опрацювання результатів експериментів більш важке і потребує застосування програмного забезпечення.

План Хартлі. Математичне описання досліджуваного явища здійснювалося регресивною моделлю у вигляді квадратичного полінома [3]:

$$\varphi(x) = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i x_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \beta_{ij} x_i x_j \quad (1)$$

де $\varphi(x)$ – функція відгуку (вихідна змінна); $\beta_0, \beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$ – коефіцієнти рівняння регресії; x_i, x_j – незалежні змінні величини (фактори).

Коефіцієнти регресії, представлені у вигляді векторного стовпця β , розраховується із матричного рівняння:

$$(F^T F) \beta = (F^T Y),$$

де F – матриця планування експерименту; F^T – трансформована матриця; $(F^T F) = \Phi$ – інформаційна матриця Фішера; Y – вектор – стовпець результатів експериментів.

Для чотирьох факторного експерименту плану другого порядку рівняння регресії має вигляд:

$$\begin{aligned} \varphi(x) = & \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4 - \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \\ & + \beta_{44} x_4^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{14} x_1 x_4 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{24} x_2 x_4 + \beta_{34} x_3 x_4 \end{aligned} \quad (2)$$

Перевірка адекватності отриманої регресивної моделі проводилася за допомогою критерію Фішера.

Введені такі позначення чотирьох змінних факторів технологічного процесу азотування у плазмі тліючого розряду:

z_1 – температура азотування T (°C); z_2 – тиск у вакуумній камері p (Па); z_3 – тривалість процесу насичення τ (хв); z_4 – вміст пропану в насичуючому середовищі C_3H_8 , %.

Довірчі рівні зміни факторів такі:

z_1 – від 480 °C до 600 °C; z_2 – від 80 Па до 400 Па; z_3 – від 20 хв до 240 хв; z_4 – від 0 % до 12 %.

Позначивши верхній рівень фактору z_j через z_j^{\max} і нижній рівень через z_j^{\min} , визначимо центр плану по відповідному фактору

$$z_j^0 = \frac{(z_j^{\max} + z_j^{\min})}{2} \quad (3)$$

і відступ варіювання

$$\Delta z_j = \frac{(z_j^{\max} - z_j^{\min})}{2} \quad (4)$$

Тоді згідно із залежностями (3) і (4) знаходимо:

$$z_1^0 = 540 \text{ °C}; z_2^0 = 240 \text{ Па}; z_3^0 = 130 \text{ хв}; z_4^0 = 6 \text{ \% Ar}$$

$$\Delta z_1 = 60 \text{ °C}; \Delta z_2 = 160 \text{ Па}; \Delta z_3 = 110 \text{ хв}; \Delta z_4 = 6 \text{ \% Ar}$$

Для складання матриці планування доцільно від системи координат фактичних параметрів z_1, z_2, z_3, z_4 перейти до безрозмірної системи координат x_1, x_2, x_3, x_4 шляхом наступного лінійного перетворення:

$$x_j = \frac{(z_j - z_j^0)}{\Delta z_j} \quad (5)$$

Тоді

$$x_1 = \frac{z_1 - 540}{60}; x_2 = \frac{z_2 - 240}{160}; \quad (6)$$

$$x_3 = \frac{z_3 - 130}{110}; x_4 = \frac{z_4 - 38}{38}$$

Матриця спектра плану Хартлі в зоні гіперкулі для чотирьохфакторного експерименту наведена в табл. 1.

Використовуючи залежності (4) і дані з таблиці 1 знаходимо фактичні величини параметрів процесу азотування

$$z_j = x_j \Delta z_j + z_j^0 \quad (7)$$

Отримані на основі (7) дані наведені в таблиці 2. З метою збільшення достовірності досліджень, центральні точки повторюються чотири рази (режими 17, 18, 19, 20 в табл. 2).

З метою обробки результатів експериментів по плану другого порядку Хартлі (табл. 2), а також прогнозного керування технологічними параметрами процесу по екстремальних значеннях характеристик міцності і довговічності складена і була застосована програма, блок схема якої наведена на рис. 1.

Попередньо проведеними дослідженнями показано, що найбільш оптимальним варіантом карбоазотування в тліючому розряді є одночасне насичення поверхні металу азотом і вуглецем. При цьому на поверхні сталі утворюється композиційний шар, який складається із зовнішньої карбонітридної зони і розвинутої дифузійної зони без виділення по межах зерен ϵ – фази, що підвищує опір абразивному і адгезійному зношуванню, а також корозійній утомі.

Таблиця 1

Матриця спектра плану Хартлі при $n = 4$ (зона гіперкулі)

Складові плану	Номер експерименту	Фактори			
		x_1	x_2	x_3	x_4
Ядро плану	1	+ 0,5	+ 0,5	+ 0,5	+ 0,5
	2	- 0,5	+ 0,5	+ 0,5	+ 0,5
	3	+ 0,5	- 0,5	+ 0,5	- 0,5
	4	- 0,5	- 0,5	+ 0,5	- 0,5
	5	+ 0,5	+ 0,5	- 0,5	- 0,5
	6	- 0,5	+ 0,5	- 0,5	- 0,5
	7	+ 0,5	- 0,5	- 0,5	+ 0,5
	8	- 0,5	- 0,5	- 0,5	+ 0,5
«Зіркові» точки	9	- 1	0	0	0
	10	+ 1	0	0	0
	11	0	- 1	0	0
	12	0	+ 1	0	0
	13	0	0	- 1	0
	14	0	0	+ 1	0
	15	0	0	0	- 1
	16	0	0	0	+ 1
Центральна точка	17	0	0	0	0

Таблиця 2

Параметри карбоазотування в тліючому розряді по плану Хартлі

Номер режиму	Параметри режиму карбоазотування			
	Температура T , °C	Тиск P , Па	Тривалість τ , хв	Вміст пропану C_2H_6 , %
1	2	3	4	5
1	570	320	185	9
2	510	320	185	9
3	570	160	185	3
4	510	160	185	3
5	570	320	75	3
6	510	320	75	3
7	570	160	75	9
8	510	160	75	9
9	480	240	130	6
10	600	240	130	6
11	540	80	130	6
12	540	400	130	6
13	540	240	20	6
14	540	240	240	6
15	540	240	130	0
16	540	240	130	12
17	540	240	130	6
18	540	240	130	6
19	540	240	130	6
20	540	240	130	6

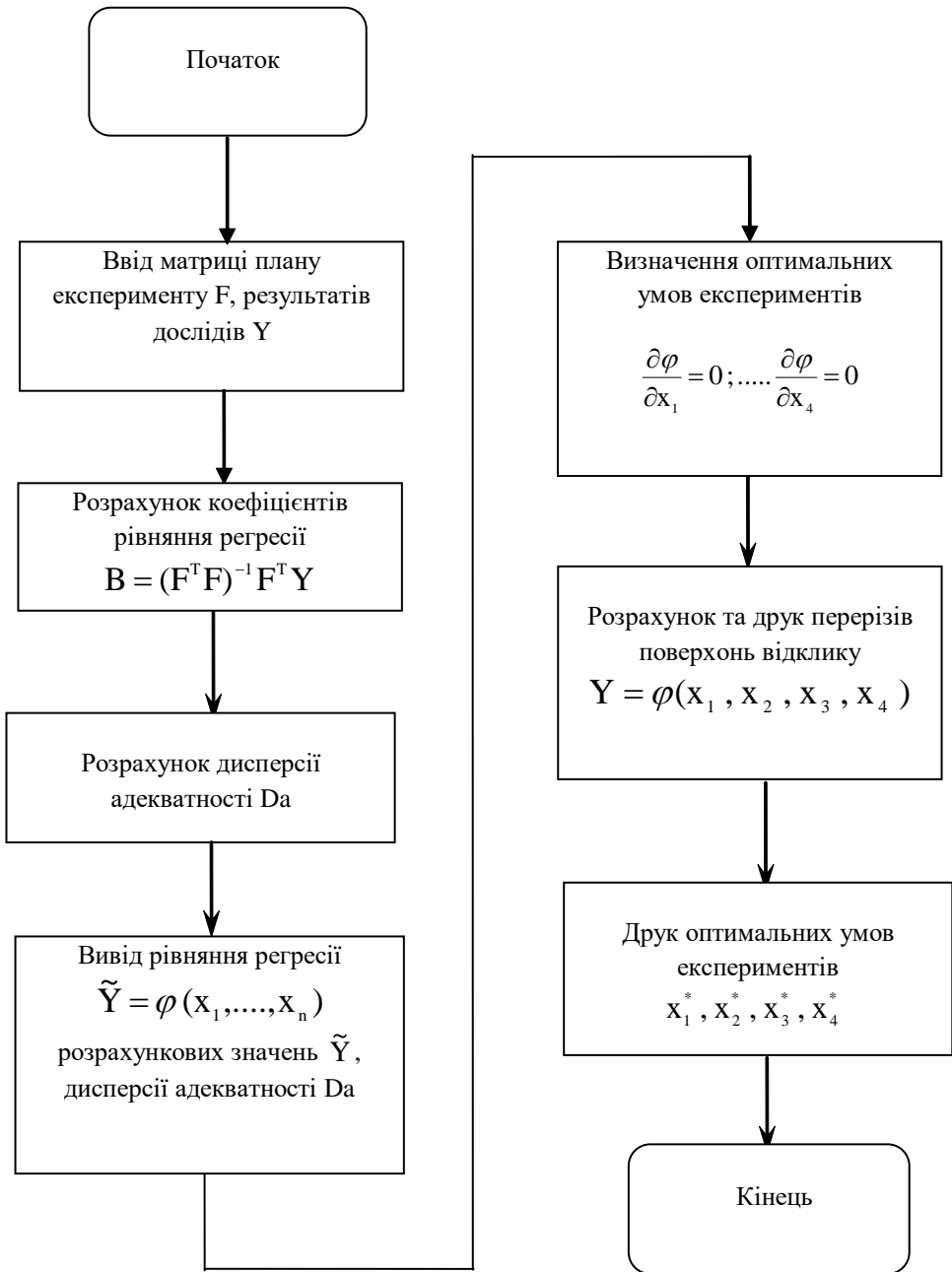


Рис.1 – Блок-схема програми оптимізації технології карбоазотування в тліючому розряді по параметрам міцності і довговічності

Товщина карбонітридної зони і зони внутрішнього азотування і, як наслідок, товщина всього зміцненого шару, при одночасному насиченні поверхневого шару азотом і вуглецем мають меншу товщину ніж при поетапному зміцненні, але характеризуються більш якісними фізико-механічними характеристиками (поверхневою твердістю, пластичністю) та більш плавним зниженням твердості по

товщині шару [4]. Тому при карбозотуванні в тліючому розряді варіант одночасного насичення поверхні сталей азотом і вуглецем прийнято як основний.

Результати експериментальних досліджень. Дослідження мікротвердості і товщини карбозотованого шару сталі 45 наведені в таблиці 3, а на рис.2 показано діаграму зміни мікротвердості H_{100} зразків із сталі 45 по глибині h карбозотованого шару при різних технологічних режимах. Із цих діаграм видно, що при карбозотуванні в тліючому розряді, як правило, найбільш високу твердість отримуємо на поверхні деталі. Це пояснюється тим, що на поверхні деталі утворюється карбонітридна ϵ – фаза, яка складається із карбонітридів типу $Fe_2(N,C)$, $Fe_3(N,C)$, $Fe_4(N,C)$. Карбонітридна зона має велику твердість, високу стійкість проти корозії, підвищений опір зносу. Товщина карбонітридної зони досягає товщини до 25 мкм. Під карбонітридною зоною розташована зона внутрішнього азотування, яка має велику товщину і є основною частиною карбозотованого шару. Зона внутрішнього азотування складається із азотистого твердого розчину основного металу, його нітридів та нітридів легуючих елементів.

Таблиця 3

Режими карбозотування в тліючому розряді та дані металографічного аналізу сталі 45

Номер режиму	Технологічні параметри процесу іонного карбозотування				Товщина зміцненого шару h , мкм	Товщина карбонітридної зони, мкм	Поверхнева мікротвердість H_{100} , МПа
	Температура T , °C	Тиск p , Па	Тривалість τ , хв	Вміст пропану в насичуючому середовищі, %			
1	2	3	4	5	6	7	8
1	570	320	185	9	110	18	8330
2	510	320	185	9	105	8	5130
3	570	160	185	3	115	3	4580
4	510	160	185	3	95	6	5360
5	570	320	75	3	105	4	4480
6	510	320	75	3	90	5	5360
7	570	160	75	9	85	7	6800
8	510	160	75	9	75	4	4760
9	480	240	130	6	50	4	4860
10	600	240	130	6	105	16	7200
11	540	80	130	6	55	14	6430
12	540	400	130	6	95	11	7290
13	540	240	20	6	45	6	6140
14	540	240	240	6	125	8	6510
15	540	240	130	0	135	0	5480
16	540	240	130	12	40	8	5540
17	540	240	130	6	75	7	5360
18	540	240	130	6	80	9	5340
19	540	240	130	6	78	8	5370
20	540	240	130	6	75		5350

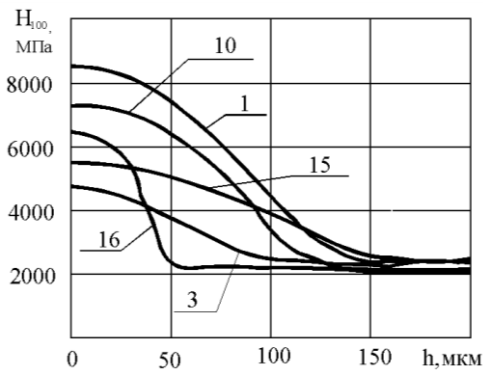


Рис. 2. Діаграма зміни мікротвердості сталі 45 по глибині карбоазотованого шару при різних технологічних режимах зміцнення (цифри на кривих – номер режиму зміцнення з табл. 3)

Таким чином, карбоазотування в тліючому розряді дозволяє змінювати структуру зміцненого шару за рахунок зміни технологічних параметрів процесу насичення, а як наслідок, змінювати і його експлуатаційні властивості.

На рис. 3, *a* наведена залежність зміни товщини азотованого шару сталі 45 від температури при постійних інших параметрах процесу карбоазотування (складу середовища, тиску і тривалості насичення). Із графіків видно, що товщина карбоазотованого шару збільшується із збільшенням температури. Мікροструктурні дослідження показали, що із збільшенням температури збільшується як товщина зони внутрішнього азотування, так і товщина карбонітридної зони.

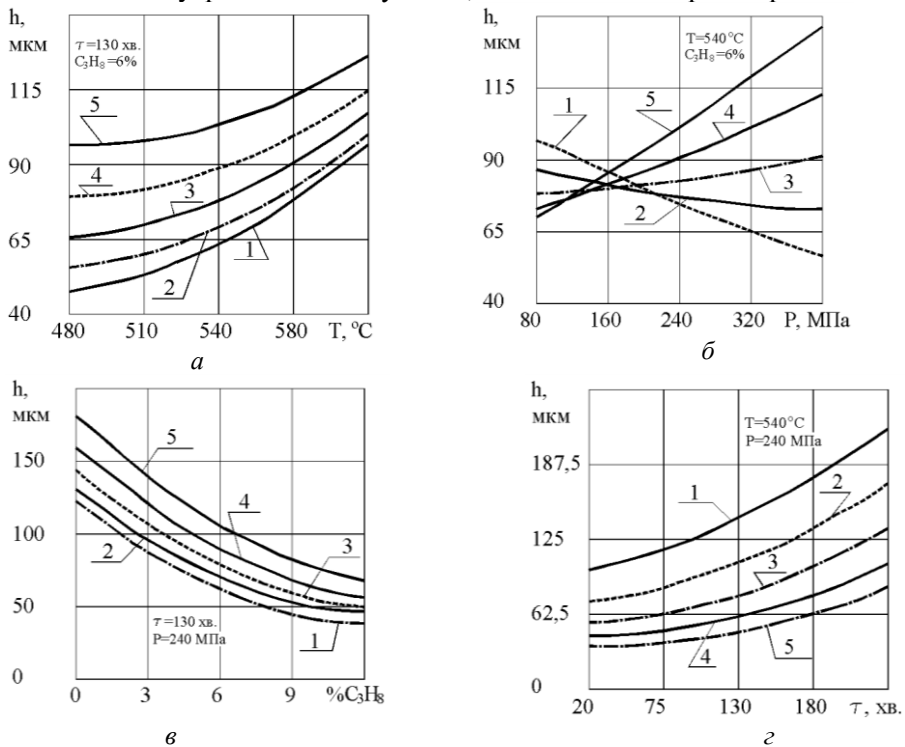


Рис. 3. Вплив технологічних параметрів процесу карбоазотування на товщину зміцненого шару сталі 45: *a* – p : 1 – 80 Па; 2 – 160 Па; 3 – 240 Па; 4 – 320 Па; 5 – 400 Па; *б* – τ : 1 – 20 хв; 2 – 75 хв; 3 – 130 хв; 4 – 185 хв; 5 – 240 хв; *в* – T : 1 – 480 °C; 2 – 510 °C; 3 – 540 °C; 4 – 570 °C; 5 – 600 °C; *г* – $\%C_3H_8$: 1 – 0 %; 2 – 3 %; 3 – 6 %; 4 – 9 %; 5 – 12 %

Із підвищенням температури процесу вище 600 °С при певному співвідношенні інших параметрів процесу можливе зменшення дифузійного шару внаслідок виникнення термоелектронної емісії на катоді. При цьому в загальному струмі розряду переважає електронний струм, доля іонного струму зменшується, що викликає зменшення кількості атомів іонів, які рухаються до катоду і зменшується градієнт концентрації по азоту і вуглецю в шарі.

Для сталі 45 товщина карбозотованого шару із збільшенням часу насичення з ростом тиску збільшується (криві 5, 4, 3 на рис. 3, б), а при незначній тривалості процесу – зменшується. Останнє пояснюється утворенням на поверхні карбідної сітки, яка перешкоджає дифузії азоту і вуглецю в товщу металу.

Значний вплив на товщину азотованого шару має склад насичуючого середовища, а саме об'ємне співвідношення азоту, аргону та пропану. На рис. 3, в наведені залежності товщини азотованого шару від процентного вмісту пропану (в об'ємних одиницях) в насичуючому середовищі для різних сталей при різних температурах. Дослідження проводилися при наступному режимі азотування: середовище – ($N_2 + Ar + C_3H_8$), тиск в розрядній камері – $p = 240$ Па, тривалість процесу – $\tau = 130$ хв.

Із графіків видно, що товщина азотованого шару змінюється в залежності від вмісту пропану в суміші однаково для всіх сталей: із збільшенням вмісту пропану товщина зміцненого шару зменшується (рис. 3, в). Це пояснюється тим, що при наявності вуглецю в насичуючому середовищі подавляється ріст зони внутрішнього азотування внаслідок утворення на поверхні металу карбонітридної плівки.

На товщину карбозотованого шару значний вплив має тиск насичуючого середовища в період дифузійного насичення. Із графіків видно, що для сталі 45 існують певні значення тиску в розрядній камері, при якому досягається максимальна товщина зміцненого шару, а для інших сталей товщина шару збільшується із збільшенням тиску робочої суміші.

Аналізуючи графіки залежності товщини зміцненого шару від тривалості процесу, можна зробити висновок, що вони мають параболічний характер (рис. 3, г). При цьому крутизна параболи збільшується із підвищенням температури процесу. Зміна тиску насичуючого середовища впливає на дану залежність, але зберігає її параболічний характер. Однак цей вплив не однозначний по абсолютній величині для різних сталей. Таким чином, проведенні дослідження показали, що параболічний характер залежності товщини азотованого шару від тривалості процесу зберігається для різних марок сталей і різних режимів зміцнення.

Узагальнена залежність товщини карбозотованого шару від параметрів зміцнення показана на рис. 4, а, а зносостійкості – на рис. 4, б.

На рис. 4, б наведені результати комплексних досліджень впливу основних технологічних факторів на зносостійкість сталі 45 із застосуванням планування експериментів (план Хартлі, табл. 3), які дозволяють визначити оптимальні технологічні режими карбозотування в тліючому розряді для забезпечення максимальної зносостійкості досліджуваних сталей. Такими режимами для сталі 45 є: температура карбозотування – 580 °С, тиск – 400 Па, тривалість насичення – 240 хв, вміст пропану – 12 %.

Аналіз отриманих залежностей показує, що підвищена твердість матеріалу не завжди позитивно впливає на його зносостійкість. Значення технологічних параметрів процесу зміцнення, які забезпечують максимальну товщину зміцне-

ного шару також не завжди співпадають із значеннями технологічних параметрів процесу по критерію максимальної зносостійкості. Величина зносу поверхонь тертя залежить не тільки від технологічних параметрів процесу, але і від експлуатаційних умов (тиску на поверхні тертя, швидкості ковзання і середовища). Тому з метою підвищення зносостійкості пар тертя для різних матеріалів і режимів карбоазотування в тліючому розряді необхідно знаходити не тільки оптимальні значення технологічних параметрів процесу, але і оптимальні експлуатаційні умови тертя.

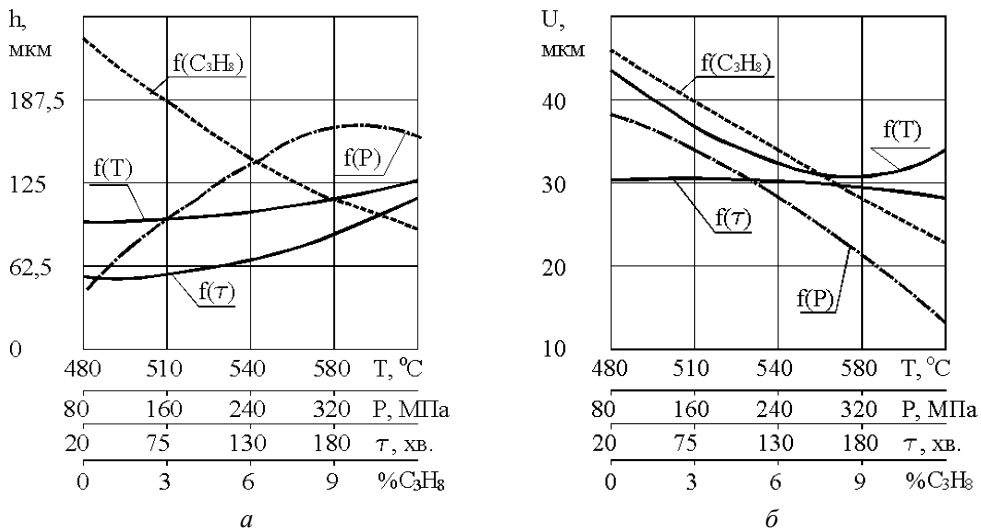


Рис. 4. Залежність товщини зміцненого шару та зносостійкості сталі 45 від технологічних параметрів карбоазотування в тліючому розряді: *a* – товщини зміцненого шару; *б* – зносостійкості

Таким чином, дослідження кінетики процесів карбоазотування в плазмі тліючого розряду в азотоаргонному середовищі з додаванням пропану показали, що змінюючи технологічні параметри процесу (склад середовища, тиск, температуру і тривалість насичення), можливо змінити в широких межах товщину, твердість на поверхні і по глибині, структуру, фазовий склад карбоазотованого шару і концентрацію вуглецю в ньому. Наявність пропану в насичуючому середовищі позитивно впливає на кінетику процесу і фізико-механічні характеристики карбоазотованого шару та його трибологічні властивості.

Висновки. Розроблена методика планування експериментальних досліджень результатів карбоазотування в тліючому розряді. На прикладі сталі 45 показані зміни фізико-хімічних властивостей та зносостійкості поверхневих шарів залежно від параметрів карбоазотування. Параметри технологічного процесу зміцнення (температура, тиск, склад насичуючого середовища, тривалість процесу) впливають на зносостійкість в широких межах і дозволяють оптимізувати процес за критерієм максимальної зносостійкості.

Список літератури

1. Применение ЭВМ для решения некоторых задач системного анализа / В.П. Ройзман, Л.Д. Вайнгортин, М.И. Хавкин, Р.В. Гудич // Вычислительная техника и моделирование в народном хозяйстве: сб. науч. тр. АН УССР. – Киев :Наук.думка, – 1985. – С 38–41.

2. Сологуб Н. А. Планирование эксперимента при изучении процесса ионного азотирования стали 45X/ Н. А. Сологуб // Проблемы трения и изнашивания.– 1986. - № 29. – С. 33 - 36.

3. Костецкий Б.И. Трение, смазка и износ в машинах / Б.И. Костецкий. – Киев : Техника, 1970. – 396 с.

4. Стечишин М. С. Фізико-хімічні властивості поверхневих шарів сталі 40X після безводневого азотування в тліючому розряді / М.С.Стечишин, М.Є., Скиба, Н.М.Стечишина., А.В Мартинюк, Р.С. Мардерович// ФХММ: Львів. – 2019. – Т.55. - №6. - С.101-109.

Стаття надійшла до редакції 12.02.2020.

Скиба М. Є. – д.т.н., проф., ректор Хмельницького національного університету.

Стечишин М. С. – д.т.н., проф., професор кафедри галузевого машинобудування та агроінженерії Хмельницького національного університету

Лук'янюк М. М. – аспірант кафедри галузевого машинобудування та агроінженерії Хмельницького національного університету.

Стечишина Н. М. – м.н.с. НДЧ Хмельницького національного університету.

SKYBA M. YA., STECHYSHYN M. S., LUK'YANYUK M. M., STECHYSHYNA N. M.

PLANNING FOR EXPERIMENTAL RESEARCH OF THE CARBONITROGENING PROCESS

The article describes the method of planning experimental studies of the results of carbohydration in the smoldering discharge, presents a block diagram of the program of optimization of the technology of carboazotation in the smoldering discharge on the parameters of strength and wear resistance

Keywords: carbonitriding, nitriding in a glow discharge plan Hartley, durability

Reference

1. Primenenie JeVM dlja reshenija nekotoryh zadach sistemnogo analiza / V.P. Rojzman, L.D. Vajngortin, M.I. Havkin, R.V. Gudich // Vychislitel'naja tehnika i modelirovanie v narodnom hozjajstve: sb.nauch.tr. AN USSR. – Kiev :Nauk.dumka, – 1985. – S 38–41.

2. Sologub N. A. Planirovanie jeksperimenta pri izuchenii processa ionnogo azotirovanija stali 45H/ N. A. Sologub // Problemy trenija i iznashivaniija.– 1986. - № 29. – S. 33 - 36.

3. Z. Kosteckij B.I. Trenie, smazka i iznos v mashinah / B.I. Kosteckij. – Kiev : Tehnika, 1970. – 396 s.

4. Stechishin M. S. Fiziko-himichni vlastivosti poverhnevih shariv stali 40H pislja bezvodneвого азотування в тліючому розряді / М.С.Стечишин, М.Є., Скиба, Н.М.Стечишина., А.В Мартинюк, Р.С. Мардерович// ФХММ: Л'вів. – 2019. – Т.55. - №6. - С.101-109.