

УДК 621.785

## ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОЦЕССОВ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ПРОМЫШЛЕННОМ ОБОРУДОВАНИИ

М.Н. БОСЯКОВ, А.А. КОЗЛОВ

Физико-технический институт НАН Беларуси  
Купревича, 10, Минск, 220141

Министерство промышленности Республики Беларусь  
Партизанский пр., 2, корп. 4, Минск, 220033

Поступила в редакцию 22 января 2013

Приведены результаты расчетов и экспериментальных исследований теплового баланса при проведении процесса плазменного азотирования. Выполнен анализ удельных затрат энергии, потребляемых оборудованием промышленного типа для вариантов одного, двух и трех теплозащитных экранов в рабочей камере установки. Наличие трех теплозащитных экранов снижает расход электроэнергии на стадии разогрева на 30–90% по сравнению с использованием двух или одного экрана. Выявлены взаимосвязи температуры, давления в камере и плотности тока, обеспечивающие существование разряда в виде аномального. Чем ниже рабочее давление, тем большую степень аномальности разряда можно обеспечить при одинаковой температуре садки.

*Ключевые слова:* ионно-плазменное азотирование, тепловой баланс, теплозащитный экран.

### Введение

В настоящее время в промышленно развитых странах мира происходит переход от традиционных высокотемпературных видов химико-термической обработки (цементации и нитроцементации) к низкотемпературным процессам азотирования. Основным результатом применения азотирования являются малые деформации деталей. Это связано с отсутствием фазовых превращений в сталях в процессе насыщения поверхности азотом при относительно низких температурах процесса. Это позволяет исключить этап финишного шлифования изделия в заданный размер (за исключением прецизионных и особо ответственных деталей).

Промышленному применению азотирования способствует создание высокотехнологичного автоматизированного оборудования для ионно-плазменного (или ионного) азотирования, которое позволило избавиться от таких недостатков газового азотирования, как длительное время процесса (десяtkи часов), повышенная хрупкость слоя, недостаточная контактная выносливость деталей, нестабильность получаемых результатов.

Ионно-плазменное азотирование (ИПА) – это химико-термическая обработка деталей машин и инструмента в аномальном тлеющем разряде, обеспечивающая диффузионное насыщение поверхностного слоя сталей (легированных, низко- и среднеуглеродистых), чугуна, сплавов титана, алюминия и др. металлов азотом (или азотом и углеродом) при давлении  $1\text{--}6 \cdot 10^2$  Па. Изделия являются катодом, а стенки камеры – анодом. Температура обработки может варьироваться в достаточно широких пределах (350–600 °C).

Варьируя состав газа, давление, температуру и время обработки, можно получать азотированные слои заданной структуры и фазового состава, например, чисто диффузионные слои, без нитридной зоны, либо слои с нитридной зоной. В зависимости от условий азотирования нитридный слой может быть либо  $\gamma'$  - фазой ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) либо  $\gamma'+\epsilon$  - фазой ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ), причем  $\gamma'$  –

нитридный слой является износостойким и относительно пластичным, а  $\varepsilon$ -слой – коррозионно-стойким.

Принципиальным отличием ИПА от газового азотирования является то, что химически активный азот образуется в разрядной зоне (катодном слое) и поэтому можно использовать молекулярный азот, который при газовом азотировании является химически неактивным. Поток активного азота на поверхность материала зависит от тока и напряжения разряда, поэтому важно знать взаимосвязь этих параметров с площадью обрабатываемых изделий («садки») для разных моделей установок.

Рабочий диапазон давлений, используемый для плазменного азотирования и карбонитирования (азотирования с добавкой углеродсодержащего газа) – это диапазон устойчивого существования аномального тлеющего разряда. Конкретное значение величины рабочего давления зависит от суммарной обрабатываемой площади деталей, их геометрии, а также температуры процесса и мощности разряда. При этом разряд должен быть аномальным, т.е. распространяться на всю поверхность обрабатываемых деталей, а плотность разрядного тока должна быть больше нормальной плотности для данного давления с учетом эффекта нагрева газа в катодной области разряда. Для эффективного управления процессом ИПА на промышленном оборудовании необходимо знать характер взаимосвязи мощности разряда и давления газа в рабочей камере в зависимости от степени ее загрузки, поскольку мощность (ток разряда и напряжение), помимо обеспечения разогрева садки и поддержания ее температуры на стадии выдержки, также определяет и химическую активность разряда.

Энергетические параметры оборудования для азотирования оказывают решающее влияние на экономические параметры, так как составляют основную долю в расходах на проведение процесса. Целью настоящей работы является разработка методики определения электрической мощности, которую необходимо вкладывать в разряд для обеспечения необходимого темпа разогрева садки различной массы в разных температурных интервалах, а также мощности, обеспечивающей постоянство температуры садки на стадии выдержки.

### Теоретический анализ проблемы

Основной конструктивной частью установки ионного азотирования является вакуумная камера (колпакового либо шахтного типа, в зависимости от вида изделий, подлежащих упрочняющей обработке). Стенка камеры при этом может быть или «холодной», охлаждаемой водой, либо «горячей», когда на стенках дополнительно имеются резистивные нагреватели, расположенные либо внутри, либо снаружи основной стенки.

В работе определение энергетических характеристик процесса ИПА базируется на анализе энергетического баланса системы «садка – стенка камеры» на разных стадиях процесса азотирования – при разогреве садки и ее изотермической выдержке для камер с холодными и горячими стенками. Предполагается, что в тлеющем разряде мощность, выделяющаяся на катоде, которым являются обрабатываемые изделия, определяется в основном энергией, приносимой положительными ионами и «быстрыми» молекулами и атомами, образующимися при перезарядке в области катодного падения потенциала. Согласно [1], доля мощности, идущая на разогрев катода (садки), составляет от 0,8 до 0,9 от общей мощности разряда  $P_{эл} = U \cdot I \cdot k$ , где  $U$  – напряжение,  $I$  – ток разряда,  $k$  – коэффициент скважности (для пульсирующего разряда). Для оценки можно использовать среднее значение – 0,85. В случае камеры с «горячими» стенками дополнительным источником тепла при нагреве и выдержке садки являются нагреватели на стенке, поэтому в таких камерах доля энерговклада от разряда может быть как больше, так и меньше, чем в установках с «холодными» стенками.

Потери тепла, которое садка аккумулирует при ее разогреве и на стадии выдержки, обусловлены, прежде всего, теплообменом между садкой и стенками рабочей камеры вследствие теплового излучения. При этом для установок с холодными стенками температура стенки камеры считается постоянной, так как она является водоохлаждаемой и не должна превышать 45 °С (требование ГОСТ), а излучающей поверхностью считается поверхность, огибающая нагреваемую садку. При обработке шестерен с зубом на внутреннем венце азотируемая площадь может быть существенно больше площади, участвующей в теплообмене со стенками камеры. При разогреве садки необходимо также учитывать увеличение теплоемкости стали с ро-

стом температуры. Для установок с «горячими» стенками температура внутренней стенки поддерживается нагревателями, однако она должна иметь определенное значение, так как часть тепла на стенку поступает также и от садки вследствие излучения.

При разогреве садки энергия расходуется на повышение теплосодержания деталей в садке и оснастки (если таковая используется), а также элементов камеры (экранов и в конечном счете стенки камеры).

Если задан темп разогрева, то уравнение баланса энергии при разогреве садки имеет вид:

$$cm \frac{dT}{dt} = P_{\text{нагр}} - P_{\text{охл}}, \quad (1)$$

где  $c$  – теплоемкость стали (для углеродистой стали в интервале температур 50–550 °C ее среднее значение  $c = 0,162 \text{ Вт} \cdot \text{ч} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , для оценочных расчетов можно использовать среднее значение теплоемкости стали, при более точных расчетах необходимо учитывать температурную зависимость теплоемкости);  $\frac{dT}{dt}$  – темп разогрева, °C/ч;  $m$  – масса садки, кг;  $P_{\text{нагр}}$  и  $P_{\text{охл}}$  – соответственно, мощность, идущая на нагрев садки и теряемая ею при охлаждении вследствие теплообмена со стенками.

Примем, в соответствии с [1],  $P_{\text{нагр}} = \Psi P_{\text{эл}}$ , где  $\Psi \approx 0,85$ , а  $P_{\text{охл}} = Q_{(c, \text{ст})э}$ , где поток излучения от садки с излучающей площадью  $F_c$  с температурой  $T_c$  к стенке, имеющей температуру  $T_{\text{ст}}$ , при наличии теплозащитных экранов [2]:

$$Q_{(c, \text{ст})э} = C_0 A_{(c, \text{ст})э} \cdot F_c \left[ \left( \frac{T_c}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_{\text{ст}}}{100} \right)^4 \right], \quad (2)$$

где  $A_{(c, \text{ст})э}$  – приведенный коэффициент поглощения рассматриваемой излучающей системы, имеющий различные значения для случая цилиндрических экранов и плоских экранов,  $C_0 = 5,67 \cdot \text{Вт} / \text{м}^2 \text{K}^4$  – константа излучения черного тела.

Как следует из выражения (2), поток излучения зависит от разности температур излучающего тела (в нашем случае садки) и стенки камеры (либо экрана), площади излучающей поверхности и приведенного коэффициента поглощения. В табл. 1 приведены значения величины  $\Pi = C_0 F_c \left[ \left( \frac{T_c}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_{\text{ст}}}{100} \right)^4 \right]$  для различных температур садки при  $T_{\text{ст}} = 40 \text{ °C}$ .

Таблица 1. Расчетные значения величины  $\Pi$  при различных температурах садки

| $T_c, \text{ °C}$ | $\Theta = (T/100)^4$ | $\Pi, \text{ кВт}$ | $T_c, \text{ °C}$ | $\Theta = (T/100)^4$ | $\Pi, \text{ кВт}$ |
|-------------------|----------------------|--------------------|-------------------|----------------------|--------------------|
| 50                | 109                  | 0,07               | 400               | 2050                 | 11,08              |
| 100               | 194                  | 0,56               | 460               | 2885                 | 15,81              |
| 160               | 352                  | 1,45               | 500               | 3570                 | 19,7               |
| 200               | 501                  | 2,3                | 540               | 4370                 | 24,23              |
| 260               | 807                  | 4,0                | 560               | 4815                 | 26,76              |
| 300               | 1078                 | 5,56               | 580               | 5295                 | 29,48              |
| 360               | 1606                 | 8,56               |                   |                      |                    |

Из (1) и (2) выражение для определения необходимой электрической мощности при разогреве садки имеет вид:

$$P_{\text{эл}} = 1,18 \cdot \left( cm \frac{dT}{dt} + Q_{(c, \text{ст})э} \right) \quad (3)$$

$$P_{\text{эл}} = 1,18 \cdot Q_{(c, \text{ст})э} \quad (4)$$

при выдержке, когда  $T = \text{const}$ .

Для камеры с «горячей» стенкой величина  $A_{(с.ст.)}$  определяется следующим образом [3]:

$$A_{(с.ст.)} = 1/(\epsilon_c^{-1} + (\epsilon_{ст}^{-1} - 1)(F_c/F_{ст})), \quad (5)$$

где  $\epsilon_c$  и  $\epsilon_{ст}$  – соответственно степени черноты садки и стенки,  $F_c$  и  $F_{ст}$  – площадь излучающей поверхности садки и стенки соответственно.

В случае камеры с «холодными» стенками для системы цилиндрических экранов

$$A_{(с.ст.)} = 1/(\epsilon_{12}^{-1} + \sum (F_c/F_{эi})(2/\epsilon_{эi}^{-1} - 1) + F_c/F_{ст}), \quad (6)$$

где  $\epsilon_{12}$  – приведенная степень черноты системы,  $F_{эi}$  и  $\epsilon_{эi}$  – площадь и степень черноты соответствующего  $i$ -го экрана и для системы плоских экранов (основание и верх камеры):

$$A_{(с.ст.)} = 1/(\epsilon_c^{-1} + 2\sum \epsilon_{эi}^{-1} + \epsilon_{ст}^{-1} - (n+1)), \quad (7)$$

где  $n$  – количество экранов.

Таким образом, при расчете потока тепла от садки к стенке в случае камеры с «холодными» стенками необходимо определить поток тепла от боковой поверхности садки и от ее нижней и верхней частей.

### Сравнение результатов расчета и экспериментальных данных

Расчет и экспериментальные исследования проводились применительно к опытному оборудованию с камерой от установки ННВ-6.6-И1 (рабочее пространство: диаметр – 410 мм и высота загрузки – 400 мм) и оборудованию промышленного типа с камерой колпакового типа (соответственно, 950 мм и 1250 мм). Обе камеры имеют водоохлаждаемый кожух, камера опытной установки – экранную теплоизоляцию (2 экрана), камера промышленной установки – 3 теплозащитных экрана. Мощность разряда на опытной установке – до 15 кВт, на промышленной – до 50 кВт, при этом максимальное напряжение горения разряда не более 700 В. Загрузка камеры опытной установки – до 100 кг, промышленной – до 1000 кг.

Принимаем следующие значения величин  $\epsilon$  [3–5]:  $\epsilon_c = 0,4$ ;  $\epsilon_{ст} = 0,6$ ;  $\epsilon_{э1} = 0,6$ ;  $\epsilon_{э2} = 0,56$  и  $\epsilon_{э3} = 0,45$ . При расчете  $P_{эл}$  для установки промышленного типа использованы значения темпа разогрева 200, 240 и 300 градусов в час, масса садки вместе с оснасткой составляла 515 кг, излучающая площадь садки  $F_c = 4,2 \text{ м}^2$  при ее общей площади  $F_c = 10 \text{ м}^2$ . На рис. 1 представлены результаты расчета и измерения электрической мощности при разогреве (цифры у кривых – экспериментально измеренная скорость разогрева).

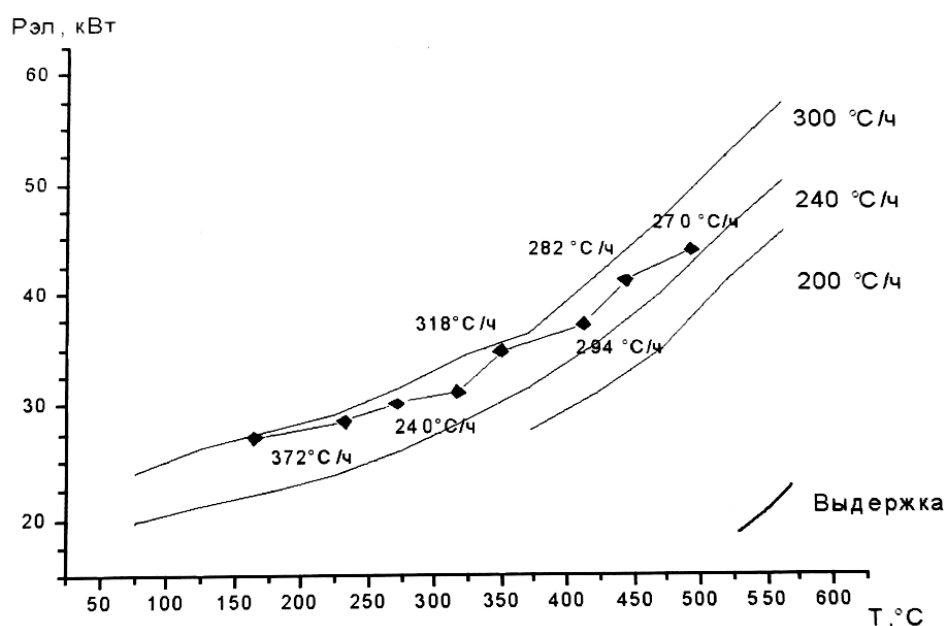


Рис. 1. Расчетные и экспериментальные значения мощности при разогреве и выдержке садки деталей.

Как видно из приведенных зависимостей, методика с достаточно хорошей точностью позволяет определить величину мощности, необходимой для разогрева садки и ее выдержки при постоянной температуре.

В таблице 2 приведены расчетные значения мощности при разогреве садки массой 100 кг на опытной установке. При изотермической выдержке расчетные значения мощности существенно ниже: 500 °С – 3,76 кВт, 540 °С – 4,62 и 560 °С – 5,12 кВт.

Таблица 2. Расчетное значение мощности ( $P_{эл.}$ , кВт) при разогреве садки массой 100 кг с различным темпом разогрева

| Стадия процесса | $T, ^\circ\text{C}$ | Темп разогрева, $^\circ\text{C}/\text{ч}$ |      |       |
|-----------------|---------------------|-------------------------------------------|------|-------|
|                 |                     | 200                                       | 240  | 300   |
| Разогрев        | 100                 | 3,93                                      | 4,7  | 5,84  |
|                 | 200                 | 4,26                                      | 5,03 | 6,17  |
|                 | 300                 | 4,89                                      | 5,66 | 6,8   |
|                 | 400                 | 5,94                                      | 6,71 | 7,85  |
|                 | 500                 | 7,58                                      | 8,35 | 9,49  |
|                 | 540                 | 8,44                                      | 9,21 | 10,35 |
|                 | 560                 | 8,94                                      | 9,71 | 10,85 |

Расчеты, проведенные для установки промышленного типа для различного количества теплозащитных экранов (1,2 и 3) показали, что наличие в камере трех экранов снижает расход электроэнергии на стадии разогрева на 30 – 90% по сравнению с двумя или одним экраном.

Из соотношения (2) получены также расчетные значения температуры внутреннего, обращенного к садке экрана, в зависимости от температуры садки.

Измерения с помощью термопары показали, что при температуре садки 530–540 °С температура внутреннего экрана поддерживается на уровне 440–450 °С, что соответствует температуре внутренней «горячей» стенки в установках с косвенным подогревом (фирм «Eltro», «PlaTeg», «Rübig» и др.). Высокая температура внутреннего экрана обеспечивает однородность температурного поля в садке и низкий расход электроэнергии. Так, например, при обработке вышеупомянутой садки на стадии выдержки затрачиваемая на поддержание разряда мощность составляет всего 18–18,5 кВт или 35–36 Вт/кг. В установках ИПА, имеющих 1 или 2 экрана, затраты мощности на поддержание разряда выше, т.к. теплообмен со стенками камеры интенсивнее и, соответственно температура внутреннего экрана ниже, что приводит к существенному градиенту температуры садки в радиальном направлении.

Экспериментально установлено, что чем полнее загружена камера, тем меньше удельный расход электроэнергии для обеспечения необходимой глубины азотированного слоя. При этом удельные энергозатраты составляют 0,6–1,6 кВт·ч/кг в зависимости от загрузки камеры при температуре садки 525–530 °С. На рис. 2 приведен удельный расход электроэнергии при обработке шестерен с внутренним зубом в камере с загрузочными габаритами – диаметр 950 мм и высота загрузки 1800 мм [7].

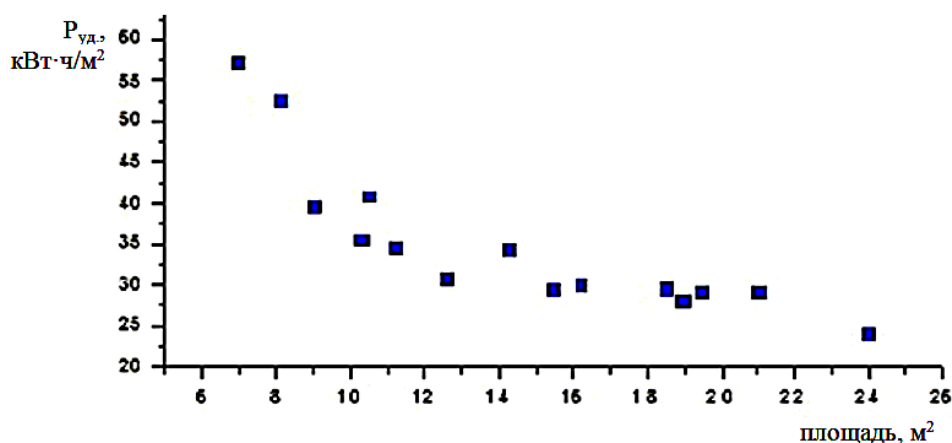


Рис. 2. Зависимость удельной мощности разряда на выдержке от величины площади поверхности садки

Полученные из (3) и (4) значения  $P_{эл}$  позволяют определять диапазон рабочих давлений при разогреве и выдержке, чтобы, во-первых, обеспечивалось плотное «облегание» разрядом поверхности изделий и получение равномерного азотированного слоя и во-вторых, разряд оставался аномальным, т.е. чтобы выполнялось условие  $J_{РАЗР} \geq J_H^{N_2}(P, T)$ , где  $J_{РАЗР}$  – плотность разрядного тока, а  $J_H^{N_2}$  – нормальная плотность тока для азота – компонента рабочей смеси, имеющего максимальное значение  $J_H$  при конкретных значениях давления в камере и температуры садки. На рис. 3 приведены значения  $J_H$  для азота, рассчитанные по формуле из [6], применяемой для разрядов с плоскими электродами:

$$J_H = 0,4 \left( \frac{P}{P_H} \frac{T_H}{T} \right)^2 \frac{\text{мА}}{\text{см}^2} \quad (8)$$

где  $P$  – рабочее давление,  $P_H = 133$  Па,  $T_H = 300$  К,  $T$  – температура газа в катодной области разряда, которая принималась равной температуре катода.

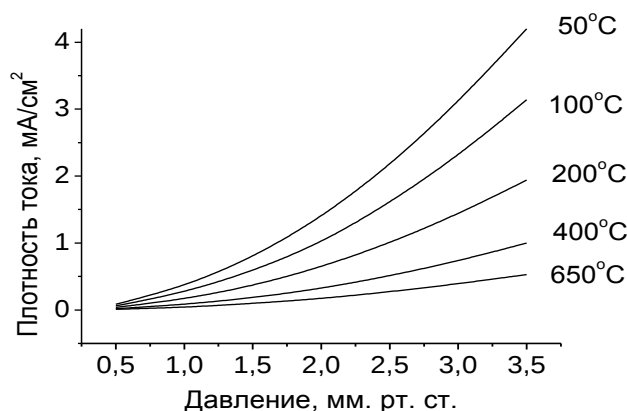


Рис. 3. Расчетные значения нормальной плотности тока в зависимости от температуры катода

Как видно из представленных данных, по мере повышения температуры в камере снижается плотность тока, обеспечивающая существование разряда в виде аномального при одинаковом давлении. С другой стороны, при одинаковой температуре рост давления в камере приводит к повышению плотности тока, что необходимо учитывать при выборе режима обработки.

Сравнение реальной плотности тока при обработке различных по массе и площади поверхности садок при температуре 530 °С с расчетной для данной температуры показало, что чем ниже рабочее давление, тем большую «степень аномальности» разряда можно обеспечить при одинаковой температуре садки (табл. 3).

Таблица 3. Значения экспериментальных и рассчитанных величин

| $P$ , мм. рт. ст. | $J_{ЭКСП}$ , мА/см <sup>2</sup> | $J_{РАСЧ}$ , мА/см <sup>2</sup> | $K = \frac{J_{ЭКСП}}{J_{РАСЧ}}$ |
|-------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| 1,46              | 0,336                           | 0,115                           | 2,92                            |
| 1,46              | 0,34                            | 0,115                           | 2,96                            |
| 1,47              | 0,43                            | 0,116                           | 3,7                             |
| 1,48              | 0,36                            | 0,12                            | 3,0                             |
| 1,5               | 0,426                           | 0,13                            | 3,28                            |
| 2,35              | 0,518                           | 0,31                            | 1,67                            |
| 2,39              | 0,568                           | 0,32                            | 1,78                            |
| 2,57              | 0,51                            | 0,37                            | 1,38                            |
| 2,72              | 0,5                             | 0,42                            | 1,19                            |

Например, при  $P = 190$  Па величина  $K = 3,7$ , а при  $P = 354$  Па –  $K=1,19$ . Чем выше рабочее давление, тем больше шансов разряду быть частично «аномальным» и частично «нормальным», когда не вся поверхность садки может быть охвачена разрядом. Это необходимо учитывать при разработке конкретных режимов ИПА на промышленном оборудовании.

## Заклучение

Приведены результаты расчетов и экспериментальных исследований теплового баланса установки ионного азотирования. Проведен анализ удельных затрат энергии, потребляемых оборудованием промышленного типа для вариантов одного, двух и трех теплозащитных экранов в рабочей камере установки на стадии разогрева садки и на стадии изотермической выдержки. Наличие трех экранов снижает расход электроэнергии на стадии разогрева на 30–90% по сравнению с использованием двух или одного экрана.

Выявлены взаимосвязи температуры, давления в камере и плотности тока, обеспечивающие существование разряда в виде аномального. Экспериментально установлено, что чем ниже рабочее давление при проведении процесса, тем большую степень аномальности разряда можно обеспечить при одинаковой температуре садки.

## ENERGY PARAMETERS OF THE INDUSTRIAL INSTALLATION FOR ION NITRIDING

M.N. BOSJAKOV, A.A. KOZLOV

### Abstract

The thermal balance of plasma nitriding process was investigated. The unit consumption of energy was analyzed concerning the equipment modifications with one, two and three thermal shields located in an operating chamber of the installation. When three thermal shields were used at the heating stage the power consumption was reduced by 30–90 % as compared with that required for modifications with two or one thermal shields. The determination was made of the interrelationships existing between temperature and pressure of chamber and current density that ensured occurrence of an abnormal discharge. With the charge temperature of 530–540 °C the temperature of an internal shield was maintained at the level of 440–450°C. The high temperature of internal shield ensured a uniform temperature distribution of the charge and low consumption of energy for hardening of parts.

### Список литературы

1. Marciniak A. // Thin Solid Films. 1988. Vol. 156. P. 337–344.
2. Исаченко В.П., Осипова В.А., Сукомел А.В. Теплопередача. М., 1981.
3. Мاستрюков Б.С. Теория, конструкции и расчеты металлургических печей. М., 1986.
4. Свенчанский А.Д. Электрические промышленные печи. М., 1975.
5. Блох А.Г. Теплообмен излучением. М., 1991.
6. Архипенко В.И., Згировский С.М., Кириллов А.А. и др. // Физика плазмы. 2002. Т. 28, № 10. С. 858–865.
7. Босяков М.Н. // Матер. Междунар. НТК «Теория и практика энергосберегающих термических процессов в машиностроении». Минск, 19–21 ноября 2008 г. С. 110–115.