

На правах рукописи

Меньшаков Андрей Игоревич

**ИСТОЧНИК ШИРОКИХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ
НА ОСНОВЕ РАЗРЯДА
С САМОНАКАЛИВАЕМЫМ ПОЛЫМ КАТОДОМ
ДЛЯ АЗОТИРОВАНИЯ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ**

Специальность: 01.04.13 – Электрофизика, электрофизические установки

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2013

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте электрофизики Уральского отделения Российской академии наук

Научный руководитель: доктор технических наук
член-корреспондент РАН
Гаврилов Николай Васильевич

Официальные оппоненты: доктор технических наук
профессор
Соковнин Сергей Юрьевич

доктор технических наук
профессор
Окс Ефим Михайлович

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск

Защита диссертации состоится «23» апреля в 15-00 часов на заседании диссертационного Совета Д 004.024.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте электрофизики Уральского отделения Российской академии наук по адресу: 620016 , г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 106.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Института электрофизики УрО РАН по адресу: г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106.

Автореферат разослан «__» _____ 2013 г.

Заверенные печатью учреждения отзывы просим направлять по адресу:
Институт электрофизики УрО РАН,
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

Ученый секретарь
Диссертационного совета
доктор физико-математических наук

Н.Н. Сюткин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы.

На сегодняшний день существует достаточно много способов повышения надежности и долговечности ответственных узлов и деталей машин. Поскольку механическому износу, а также таким воздействиям рабочей среды, как коррозия, в первую очередь подвергается поверхность детали, то экономически более целесообразно не изготавливать деталь из дорогостоящего материала, а формировать на поверхности функциональный слой с требуемыми физико-химическими свойствами. Химико-термическая обработка (ХТО) сталей и сплавов, заключающаяся в диффузионном насыщении поверхностных слоев изделий различными элементами (азот, углерод, бор), позволяет создавать на поверхности изделий модифицированные слои толщиной от нескольких десятков до нескольких сотен микрон¹. К тому же, при обработке деталей этим способом, во-первых, отсутствует проблема адгезии функционального слоя к объему металла, являющаяся одной из ключевых при модификации поверхностей нанесением защитных покрытий, а во-вторых, в процессе модификации не происходит значительного изменения геометрических размеров изделий, что позволяет использовать ХТО на стадии финишной обработки. Наибольшее распространение получили такие разновидности ХТО, как азотирование, цементация и карбонитрирование, суть которых состоит в легировании поверхностных слоев нагретых изделий азотом, углеродом, а также одновременно азотом и углеродом соответственно, в результате чего значительно улучшаются такие характеристики изделий, как твердость, износостойкость, задиростойкость, усталостная прочность, коррозионная стойкость.

Разработано много методов и различных устройств для азотирования, однако наиболее широкое распространение в промышленности получило азотирование в плазме тлеющего разряда. В отличие от печного газового азотирования, при котором длительность процесса достигает 100 ч, этот метод позволяет снизить время обработки до нескольких часов. Азотирование в тлеющем разряде имеет ряд преимуществ над другими менее распространенными способами, однако этот метод обладает и рядом недостатков: высокая вероятность дугообразования на поверхности азотируемых изделий, неравномерность толщины азотированного слоя по

¹ Лахтин Ю. М. Химико-термическая обработка металлов / Ю. М. Лахтин, Б. Н. Арзамасов. – М.: Металлургия. – 1985. – 256 с.

поверхности деталей сложной формы, вызванная неоднородностью катодного слоя, высокая вероятность перегрева острых кромок, сопровождающегося ухудшением механических и функциональных характеристик детали и т.д. Для устранения этих недостатков при сохранении приемлемой энергетической эффективности процесса и достаточно высокой скорости формирования упрочненного слоя был предложен ряд подходов и технических решений, например системы на основе тлеющего разряда с «активным экраном»², в которых азотируемое изделие экранируется от катодной плазмы, импульсно-периодические источники питания разряда, препятствующие дугообразованию, или системы, в которых для генерации плазмы используется электронный пучок³. Преимуществом использования электронного пучка является то, что можно задать энергию электронов, соответствующую максимальной величине сечения ионизации атомов рабочего газа электронным ударом, что повысит эффективность генерации плазмы, по сравнению с традиционными газоразрядными системами для ионно-плазменного азотирования.

Авторами работы⁴ электронный пучок был использован не только для ионизации газа, но и для нагрева образцов до требуемой температуры. Нагрев изделий не ионами плазмы, а быстрыми электронами пучка исключает развитие микрорельефа поверхности азотируемого изделия вследствие ионного травления, как это происходит при азотировании в тлеющем разряде. Данный способ азотирования представляется перспективным, однако существующие лабораторные прототипы обладают низкой производительностью, что ограничивает широкое распространение этого метода, а создание более производительных систем такого типа требует применения новых подходов при модернизации этого способа азотирования.

Цель работы заключалась в разработке эффективного сильноточного источника широкого электронного пучка для азотирования сталей и сплавов, а также в исследовании особенностей азотирования перспективных конструкционных сталей и сплавов в плазме, генерируемой этим пучком.

² Zhao C. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism / C. Zhao, C. X. Li, H. Dong, T. Bell // Surface and coatings technology. – 2006. – V. 201. – P. 2320–2325.

³ Walton S. G. Electron-beam-generated plasmas for materials processing / S. G. Walton, C. Muratore, D. Leonhardt et al. // Surface and Coatings Technology. – 2004. – V. 186. – P. 40 – 46.

⁴ Гаврилов Н. В. Азотирование аустенитной нержавеющей стали в низковольтном пучковом разряде / Н. В. Гаврилов, А. С. Мамаев, А. И. Медведев // Известия высших учебных заведений – Физика. - № 11/2. – 2009. – С. 166 – 171.

Научная новизна работы:

1. Разработана разрядная система с трубчатым самонакаливаемым полым катодом и газоразрядной системой инициации вспомогательного разряда.
2. Показана возможность использования технического титана для изготовления термохимического трубчатого самонакаливаемого полого катода и определены оптимальные режимы азотирования титановых катодов при прокачке через них азота, обеспечивающие формирование фазы нитрида титана по всей толщине катода без его локального расплавления и разрушения.
3. Предложен метод формирования широкого радиально-расходящегося электронного пучка с начальной площадью сечения $\sim 10^3 \text{ см}^2$ с использованием электродной системы на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом, обеспечивающий приемлемую степень неоднородности газоразрядной плазмы в области обработки изделий.
4. Экспериментально получена немонотонная зависимость скорости роста азотированного слоя от плотности ионного тока на поверхность образцов при низкотемпературном азотировании аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T, обусловленная конкурирующим влиянием процессов распыления поверхности и диффузии азота в объем металла.
5. Исследовано влияние начальной энергии электронов пучка на величину плавающего потенциала изолированной металлической пластины в широком диапазоне ускоряющих напряжений и давлений рабочего газа.

Практическая значимость работы:

1. Сконструирован и изготовлен генератор больших объемов азотсодержащей плазмы на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом из нитрида титана.
2. Разработан метод формирования термохимического самонакаливаемого полого катода из нитрида титана путем азотирования титановой трубки непосредственно в процессе функционирования генератора плазмы. Подана заявка на изобретение №2012125780 (039676), от 20.06.2012.
3. Создан прототип генератора плазмы с разрядной камерой большого объема, позволяющий проводить одновременную обработку изделий с общей площадью поверхности более 2000 см^2 .
4. Предложен и исследован способ управления фазовым составом поверхностного слоя азотируемого изделия из титана путем изменения параметров электронного пучка и соответствующей величины плавающего потенциала изделия.

Достоверность и обоснованность результатов работы подтверждается систематическим характером исследований, использованием различных экспериментальных методик, сопоставлением экспериментальных результатов и численных оценок, а также созданием действующих экспериментальных образцов газоразрядных систем.

Научные положения, выносимые на защиту:

1. Применение разряда с самонакаливаемым полым катодом обеспечивает формирование в анодной части разряда методом сеточной стабилизации однородного плазменного эмиттера электронов с большой эмитирующей поверхностью ($\sim 10^3 \text{ см}^2$) и генерацию в диоде с плазменным анодом радиально-расходящегося электронного пучка с током до 50 А при энергии электронов 0,1 – 1 кэВ и давлении газа 0,1 – 1 Па, при этом уровень неоднородности плотности электронного тока не превышает 10 % на площади эмиссии $\sim 1100 \text{ см}^2$.

2. Формирование сильноточного самонакаливаемого полого катода из нитрида титана в разряде в среде азота достигается постепенным увеличением тока разряда и температуры полого катода из титана выше температуры его плавления со скоростью $\sim 100^\circ\text{C}/\text{ч}$, ограниченной возможностью оплавления катода, при этом в результате интенсивной диффузии азота увеличивается толщина азотированных слоев и достигается формирование фазы TiN во всем объеме активной зоны катода, что обеспечивает стабильную эмиссию полого катода при температурах $\sim 2000^\circ\text{C}$ с током до 50 А.

3. Немонотонная зависимость толщины модифицированного слоя аустенитной нержавеющей стали, образованного в результате низкотемпературной ($400 - 450^\circ\text{C}$) диффузии азота из плазмы электронного пучка и формирования фазы твердого раствора с высокой концентрацией азота (20 – 25 ат.%) обусловлена конкурирующим влиянием процессов диффузии азота и ионного распыления поверхности стали и имеет максимум при плотности ионного тока 3 – 4 $\text{мА}/\text{см}^2$ и энергии ионов 100 эВ.

4. Немонотонная зависимость потенциала изолированного металлического электрода от начальной энергии электронов в пучке, генерируемом плазменным источником электронов с сеточной стабилизацией, и изменение положения максимума зависимости и его величины в функции давления газа, проявляющееся в области низких энергий электронов ($< 300 \text{ эВ}$) и повышенных давлений газа (0,1 – 1 Па), обусловлены значительной шириной энергетического спектра электронного пучка ($\sim 100 \text{ эВ}$) и изменением плотности ионного тока из пучковой плазмы.

Апробация работы

Материалы работы были доложены и обсуждены на 10-й международной конференции по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (Томск, 2010), 10-й международной конференции «Пленки и покрытия-2011» (Санкт-Петербург, 2011), 1-й международной конференции «Наноматериалы: применения и свойства» (Алушта, Крым, Украина, 2011), 4-м международном крейнделевском семинаре «Плазменная эмиссионная электроника» (Улан-Удэ, 2012), 17-м международном симпозиуме по сильноточной электронике (Томск, 2012), 11-й международной конференции по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (Томск, 2012) и представлены в сборниках докладов конференций [1 – 6]. По результатам выполненных исследований опубликовано 6 статей в журналах, рекомендованных ВАК [7 - 12].

Личный вклад соискателя в работу состоит в создании экспериментального образца генератора плазмы на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом, источника радиально-расходящегося электронного пучка и генератора плазмы на их основе, подготовке и проведении экспериментов по азотированию сталей и сплавов и непосредственном получении экспериментальных данных на всех этапах работы. Постановка целей и задач исследований, обсуждение полученных результатов и их анализ, а также обсуждение и редакция основных выводов и научных положений, выносимых на защиту, проводились при участии научного руководителя чл.-корр. РАН, д.т.н. Гаврилова Н.В.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Работа представлена на 160 страницах и содержит 72 рисунка, 1 таблицу и список литературы из 128 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность выбранного направления исследований, поставлена цель и определены основные задачи исследований, кратко описаны научная новизна и практическая значимость исследований. Завершается введение кратким изложением содержания диссертационной работы и научными положениями, выносимыми на защиту.

Первая глава носит обзорный характер и посвящена критическому анализу современных методов ионно-плазменного азотирования.

В начале главы рассмотрены основные закономерности диффузионного насыщения сталей и сплавов азотом. На примере азотирования в тлеющем разряде рассмотрены основные теоретические подходы, описывающие процесс азотирования. Проведен обзор альтернативных методов ионно-плазменного азотирования, описаны основные достоинства и недостатки таких распространенных методов диффузионного насыщения сталей и сплавов азотом, как низкоэнергетичная ионная имплантация при повышенных температурах, лазерное азотирование, азотирование в тлеющем разряде, азотирование в плазме дуговых разрядов, азотирование в системе с активным экраном. Также описаны методы, в которых для повышения насыщающей способности газовой среды применяются дополнительные источники ионизации газа, например⁵, когда для увеличения плотности генерируемой плазмы и интенсификации процесса азотирования используется двухступенчатая разрядная система на основе дугового разряда с холодным катодом и тлеющего разряда с полым катодом.

В заключительной части главы показывается перспективность использования электронных пучков в технологии ионно-плазменного азотирования. Подробно описывается метод азотирования в плазме, генерируемой низкоэнергетичным электронным пучком, при котором электронный пучок не только ионизует газ в области обработки, но и эффективно нагревает азотируемое изделие. Главным достоинством этого метода является возможность независимо и в широких пределах изменять такие параметры обработки, как давление и состав газовой смеси, ток и начальная энергия электронного пучка, энергия ионного потока на поверхность азотируемых изделий. Однако главным недостатком описанных устройств является их низкая производительность, ограниченная площадью сечения электронного пучка (80–100 см²) и током разряда (4–6 А). Увеличение площади эмиссии электронов требует соответствующего повышения тока пучка для сохранения плотности мощности, обеспечивающей нагрев изделий до требуемой температуры. Однако предельный ток в существующих системах на основе тлеющего разряда с полым катодом ограничен переходом тлеющего разряда в дуговой. Поэтому для решения проблемы увеличения производительности этого метода азотирования необходимо не только разработать метод

⁵ Ахмадеев Ю. Х. Азотирование технически чистого титана в тлеющем разряде с полым катодом / Ю. Х. Ахмадеев, И. М. Гончаренко, Ю. Ф. Иванов, Н. Н. Коваль, П. М. Щанин // Письма в ЖТФ. – 2005. – Т. 31. – В. 13. – С. 24 – 30.

формирования широкого электронного пучка, но и создать сильноточный генератор эмиссионной азотсодержащей плазмы.

Вторая глава посвящена разработке и исследованию сильноточного генератора азотсодержащей плазмы для источника широкого электронного пучка. Для создания такого генератора была разработана разрядная система с самонакаливаемым полым катодом (рис.1).

Основными достоинствами этого типа разрядных систем являются относительная простота конструкции, низкие напряжения горения разряда, стабильность функционирования при токах разряда, близких к пороговым токам дуги с катодным пятном, низкий уровень загрязнений плазмы. От уже существующих разрядных систем⁶ эта конструкция отличается, прежде всего, наличием газоразрядной вспомогательной ячейки инициирования разряда, а также наличием системы тепловых экранов, обеспечивающей лучшую теплоизоляцию катода. Предварительные эксперименты по оптимизации конструкции были проведены с использованием полого катода из ниобия. Однако дороговизна и труднодоступность этого материала, а также металлопроката из других тугоплавких материалов заставили начать поиск более дешевых материалов для изготовления термоэмиссионного полого катода. Объектом исследования был выбран титан, при нагреве которого в среде азота на его поверхности формируется нитрид титана – тугоплавкое соединение, обладающее также высокими эмиссионными свойствами. Катод изготавливался из титановой трубки длиной 70 мм, диаметром 10 мм и толщиной стенки 1 мм. Первые эксперименты с трубчатым самонакаливаемым полым катодом из титана (BT1-0) показали, что уже в течение первых минут после разогрева катода на его поверхности формируется тонкий нитридный слой, и разрядная система способна работать в дуговом режиме без катодного пятна. Однако

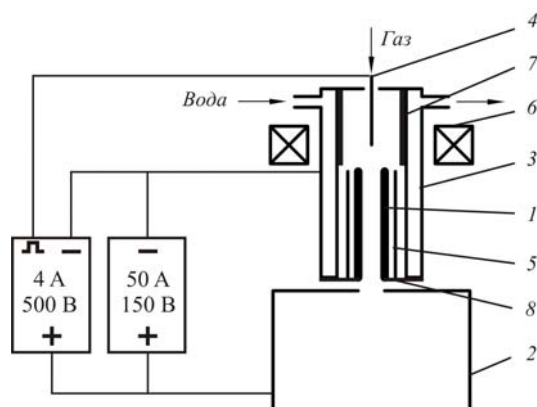


Рис. 1. Схема разрядной системы с самонакаливаемым полым катодом. 1 – полый катод, 2 – полый анод, 3 – стальной корпус, 4 – поджигающий электрод, 5 – тепловой экран, 6 – кольцевой магнит, 7 – вспомогательный катод, 8 – держатель катода.

⁶ Gushenets V. I. Two stage plasma gun based on a gas discharge with a self-heating hollow emitter / V. I. Gushenets, A. S. Bugaev, E. M. Oks // Review of Scientific Instruments. – 2010. – V. 81.– 02B903.

увеличение тока сразу после разогрева выше 2 – 3 А приводило к расплавлению неазотированного объема катода между нитридными слоями и последующему разрушению катода. Для предотвращения расплавления и последующего выхода катода из строя ток разряда необходимо повышать постепенно, по мере роста нитридных слоев на внутренней и внешней поверхностях катода. Экспериментальным путем был определен оптимальный маршрут увеличения тока разряда, позволяющий провести азотирование катода на всю толщину стенки в активной зоне без расплавления (рис.2). По завершении тренировки катода был подготовлен микрошлиф поперечного сечения стенки катода в активной зоне, который показал, что повышение микротвердости до значений 17 – 19 ГПа, характерных для TiN , наблюдалось по всей толщине стенки катода (рис.3). Фазовый переход $Ti \rightarrow TiN$ по всей толщине катода в активной зоне подтвержден также РФА-измерениями фазового состава порошка активной зоны катода (рис.3). Результаты анализа свидетельствуют о формировании кубического TiN с периодом $a = 0,4233$ нм и средним размером кристаллитов 140 нм.

Сформированный TiN -катод способен работать при токах разряда до 50 А. Вольтамперная характеристика разряда в диапазоне токов 4 – 50 А падающая, напряжение горения дугового разряда в этом диапазоне токов снижается с 85 до 27 В (рис.4). При этом величина мощности, рассеиваемой на катоде при максимальном токе разряда 50 А, более чем втрое превышает мощность, при которой плавится катод на начальной стадии тренировки.

Путем сканирования внешней поверхности катода с помощью инфракрасного пирометра были получены распределения температуры

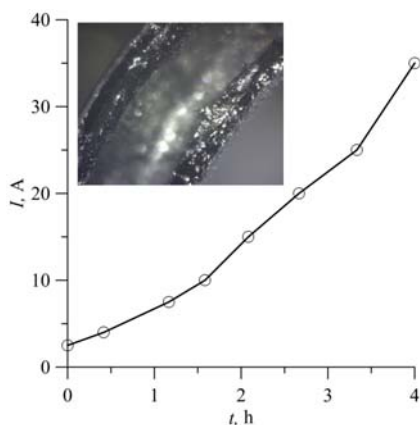


Рис. 2. Изменение тока разряда со временем на этапе тренировки катода из титана и фото зоны расплавления катода при ускоренном увеличении тока разряда.

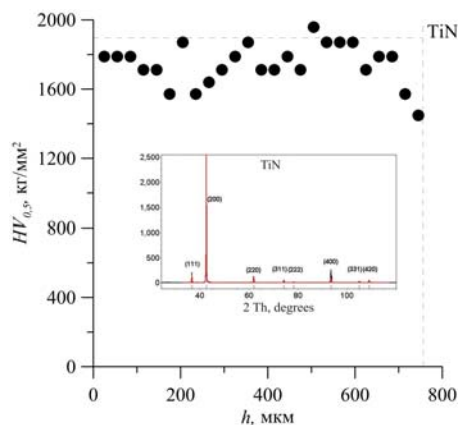


Рис. 3. Профиль микротвердости в поперечном микрошлифе полого катода в активной зоне и дифрактограмма материала активной зоны катода.

катода по длине (рис.5). Увеличение тока разряда приводит, во-первых, к увеличению максимальной температуры катода, а, во-вторых, к увеличению линейных размеров активной зоны и ее смещению в направлении выходного торца катода. Увеличение потока газа через катодную полость также приводит к смещению активной зоны к выходной апертуре катода. При рабочем потоке азота 50 см³/мин и токе разряда 15 А активная зона располагается посередине длины катода.

Для измеренных температурных профилей были проведены оценочные расчеты с использованием уравнения Ричардсона-Дешмана, позволяющие получить данные о распределении плотности тока по длине катода и температуре его внутренней поверхности:

$$\frac{j_e}{j_{e\max}} = \frac{T}{T_{\max}} \exp\left(-\frac{e\phi_{y\delta\delta}}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)$$

где $T_{\max}$ – максимальное значение температуры, измеренное на поверхности катода, T – температура катодной поверхности в n -й точке, $j_{e\max}$ – плотность тока эмиссии соответствующая максимальному значению температуры катода, j_e – плотность тока эмиссии, соответствующая измеренной температуре.

С использованием полученных профилей температуры на внешней поверхности катода и известного соотношения:

$$\Delta T = UI_i \frac{\ln \frac{d_2}{d_1}}{2\pi l \lambda}$$

где d_1 и d_2 внутренний и внешний диаметры катода соответственно, I_i – величина ионного тока на поверхность катода, l – длина активной зоны, λ –

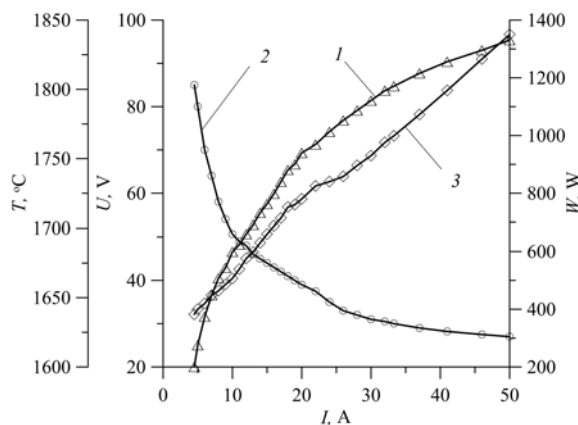


Рис. 4. Зависимости температуры внешней поверхности катода (1), напряжения горения разряда (2) и мощности разряда от тока разряда.

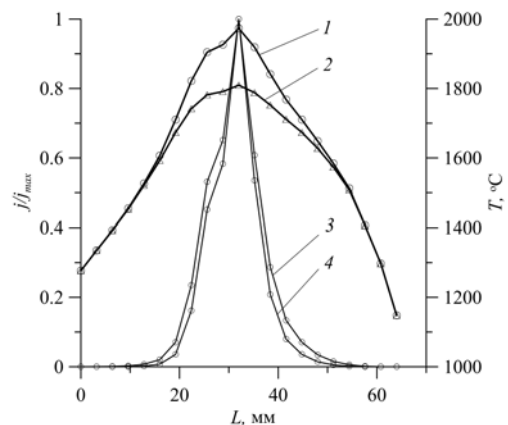


Рис. 5. Распределения температуры внутренней (1) и внешней (2) поверхностей катода по длине и распределения плотности тока эмиссии для $\phi=3,5$ эВ (3) и $\phi=4,5$ эВ (4).

коэффициент теплопроводности материала катода, был оценен перепад температуры на стенке катода. Оценки показали, что в области с максимальным значением плотности тока ΔT составляет $\sim 160^\circ\text{C}$. Проведенные расчеты позволили оценить температуру внутренней поверхности (рис.5, кривая 2), и с учетом расчетных данных были получены профили распределения плотности тока эмиссии с внутренней поверхности (рис.5, кривые 3,4). Варьирование в расчетах значения $\varphi_{эфф}$ в широких пределах не приводило к существенному изменению формы нормированных профилей j_e . Рассчитать распределение плотности тока разряда в абсолютных величинах можно, используя интеграл полученной кривой $j_e(x)$, который равен площади фигуры, ограниченной графиком этой функции:

$$I = \int_0^L 2\pi R j_e(x) dx$$

$$I = S \cdot j_e(x) = \pi \cdot d \cdot j_{emax} (dx \cdot j_{e1}/j_{emax} + dx \cdot j_{e2}/j_{emax} + dx \cdot j_{e3}/j_{emax} + \dots)$$

где j_{en} – плотность тока эмиссии на n -м участке катода длиной dx .

При токе разряда 30 А значение j_{max} составило $\sim 10 \text{ А/см}^2$. Проведенные расчеты позволили оценить значение эффективной работы выхода электронов для сформированного термохимического катода из нитрида титана. При максимальной плотности тока разряда ($\sim 10 \text{ А/см}^2$) и известной максимальной температуре внутренней поверхности катода ($\sim 2240^\circ\text{K}$) работа выхода электронов составила $\varphi_{эфф} \approx 3,5 \text{ эВ}$, что значительно ниже работы выхода титана (4,1 эВ).

Гравиметрические испытания катода из нитрида титана показали, что при горении разряда в среде азота наблюдается увеличение массы катода в течение первых 12 часов при токе разряда 15 А и в течение 48 часов при токе 10 А. После этого в течение 12 – 16 часов устанавливалась стабильная скорость уноса массы катода. Скорость эрозии катода, оцененная из величины измеренной площади поверхности активной зоны и тока разряда, составила $\sim 1 \cdot 10^{-7} \text{ г/Кл}$. При работе в среде аргона скорость уноса массы катода значительно выше ($5 \cdot 10^{-7} \text{ г/Кл}$), что, по-видимому, объясняется большей скоростью распыления приповерхностного слоя более тяжелыми атомами аргона. При величине скорости эрозии для токов разряда от 10 до 50 А расчетный ресурс катода составит 350 – 70 часов соответственно, что значительно больше времени тренировки титанового катода (~ 4 часа).

Третья глава посвящена исследованию особенностей формирования широких электронных пучков в разрядной системе с самонакаливаемым полым катодом.

Для формирования электронного пучка была использована двухступенчатая разрядная система, в первой ступени которой происходила генерация эмиссионной плазмы, а во второй ступени формировался широкий электронный пучок (рис.6). На начальном этапе работы источника зажигался тлеющий разряд между полым катодом 1 и полым анодом 7. Через непродолжительный промежуток времени катод разогревался и переходил в термоэмиссионный режим. Затем между полым анодом и разрядной камерой прикладывалось ускоряющее напряжение. Электронный пучок формировался в двойном слое пространственного заряда в ячейках металлической сетки. Отбор электронов из плазмы производился через сетку *a*, установленную на торце полого анода при продольном извлечении, либо через сетку *b* на боковой поверхности анода при поперечном извлечении. Диаметр и длина полого анода 7 из нержавеющей стали составляли 150 мм, площадь сетки на боковой поверхности анода составляла 700 см², на торцевой поверхности анода устанавливались сменные сетки с площадью 40–100 см², размер ячеек которых составлял от 3 до 0,6 мм². Распределения плотности тока в разрядном промежутке измерялись с помощью системы плоских зондов.

При продольном извлечении электронов распределение тока по диаметру пучка на расстоянии 10 мм от сетки резко неоднородно (рис.7). При увеличении расстояния от сетки неоднородность пучка,

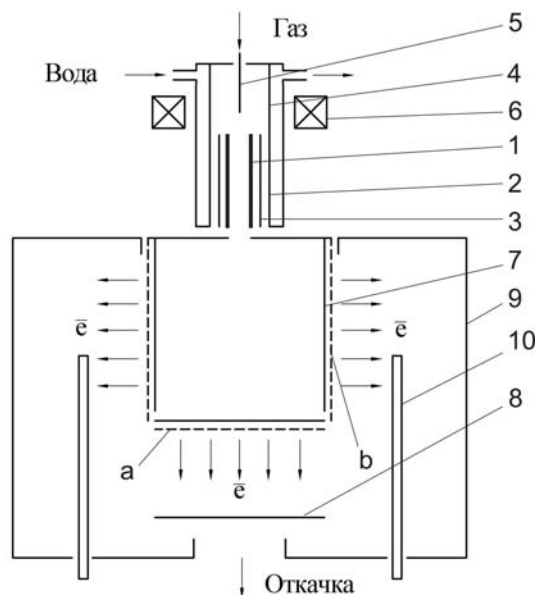


Рис. 6. Конструкция разрядной системы. 1 – полый катод, 2 – водоохлаждаемый корпус, 3 – тепловой экран, 4 – катод вспомогательного разряда, 5 – поджигающий электрод, 6 – кольцевой магнит, 7 – полый анод, 8 – коллектор цилиндрического пучка, 9 – коллектор радиально-расходящегося пучка, 10 – стержневые аноды, а – положение сетки при продольном извлечении электронов, б – положение сетки при поперечном извлечении электронов.

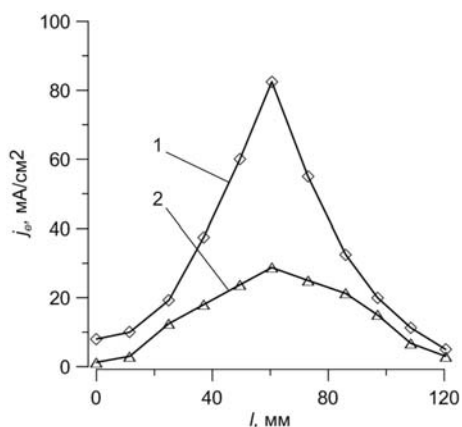


Рис. 7. Распределения плотности электронного тока по диаметру пучка. $I = 6 \text{ A}$, $P = 0,1 \text{ Па}$, $U_2 = 100 \text{ В}$. Расстояние от сетки d : 1 – 1 см, 2 – 11 см. Газ – аргон.

сформированного в плоскопараллельной системе, уменьшается в результате его рассеяния на атомах и молекулах рабочего газа. Плазма в пространстве между сеткой и коллектором является анизотропной, причем степень ее анизотропии в направлении распространения пучка возрастает с увеличением давления газа. С увеличением расстояния от сетки плотность ионного тока вначале

повышается, а затем снижается. Такой характер зависимостей является следствием изменения отношения средней длины ионизационного пробега электронов к расстоянию до зонда, а также рассеяния пучка в результате кулоновских взаимодействий. Электронная температура азотной плазмы, оцененная по углу наклона линейного участка полулогарифмической зондовой характеристики, в диапазоне давлений 0,5 - 3 Па составляла 1 - 2 эВ, снижаясь с ростом давления.

При поперечном извлечении пучок на расстоянии 30 мм однороден в области с размером $\sim 100 \text{ мм}$ (рис.8). Неоднородность азимутального распределения плотности тока не превышала 10%. При увеличении расстояния от сетки неоднородность первоначально однородного радиально расходящегося пучка возрастает в результате рассеяния электронов.

Неоднородность распределения плотности ионного тока в средней части сечения пучка вблизи коллектора уменьшается с ростом давления газа и составляет $\sim 30\%$ на длине 100 мм при давлении газа $P = 0,6 \text{ Па}$. Таким образом переход от плоскопараллельной системы, формирующий пучок круглого сечения, к цилиндрической, формирующей радиально-расходящийся электронный пучок,

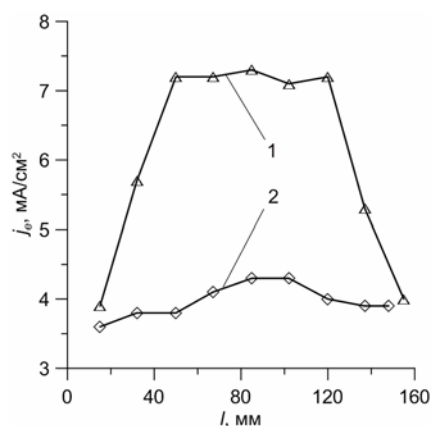


Рис. 8. Распределения плотности электронного тока по высоте цилиндрического коллектора. $I = 5 \text{ A}$, $U_2 = 100 \text{ В}$, $P = 0,7 \text{ Па}$. Расстояние от сетки: 1 – 3 см, 2 – 12 см. Газ – Аг.

позволил не только существенно увеличить максимальную площадь обрабатываемых изделий, но и обеспечил приемлемый уровень неоднородности плотности тока пучка по поверхности коллектора в условиях генерации эмиссионной плазмы в разрядной системе с самонакаливаемым полым катодом.

Для увеличения плотности плазмы, создаваемой электронным пучком при низких давлениях газа, и повышения эффективности ее генерации в исследуемой системе использован режим осцилляции быстрых электронов, который обеспечивается при сеточном потенциале коллектора 9 и подаче ускоряющего напряжения на стержневые аноды 10 (рис.6). Обычно в экспериментах по плазменному азотированию используются образцы с небольшой площадью поверхности, изменение потенциала которых не оказывает существенного влияния на параметры плазмы. Использование в экспериментах коллектора с потенциалом ниже анодного, который выполняет роль азотируемого изделия, позволяет создать условия, характерные для производственной установки с большой площадью поверхности обрабатываемых изделий. Эксперименты показывают, что снижение потенциала коллектора ниже анодного приводит к многократному росту плотности ионного тока (рис.9). При напряжении смещения коллектора относительно плазмы -250 В плотность ионного тока

в центральной области коллектора площадью 1800 см^2 превышает 10 мА/см^2 , полный ток ионов за вычетом тока вторичных электронов составляет 24 А при том, что ток разряда в первой ступени не превышает 5 А. Мощность, выделяемая ионами на коллекторе в таком режиме, составляет 6 кВт, температура коллектора близка к 600°C . При анодном потенциале коллектора в режиме с давлением газа 0,2 Па при ускоряющем напряжении 300 В и токе электронного пучка 18 А достигнутая мощность пучка (5,4 кВт) обеспечивала нагрев коллектора до температуры 550°C . Таким образом, в описанной системе может быть реализован как электронный, так и ионный режим нагрева изделий, а также комбинированный электронно-ионный нагрев.

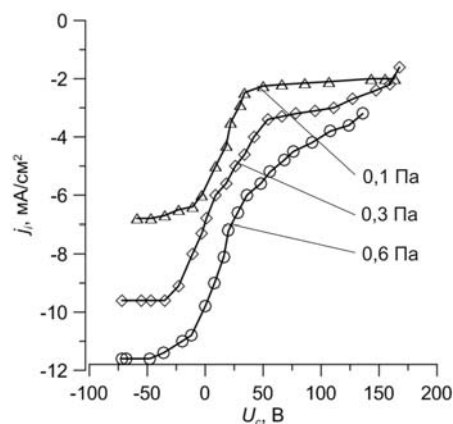


Рис. 9. Зависимости плотности ионного тока на зонд от потенциала коллектора. $I = 5 \text{ А}$, $U_2 = 200 \text{ В}$. Напряжение смещения на зондах -250 В.

Четвертая глава посвящена исследованию особенностей азотирования конструкционных сталей и сплавов в созданной газоразрядной системе. В качестве исследуемых материалов были выбраны аустенитная нержавеющая сталь 12Х18Н10Т и технический титан марки ВТ1-0. Выбор этих материалов обусловлен тем, что они достаточно широко распространены в современных высокотехнологичных отраслях деятельности человека: медицина, авиакосмическая отрасль, автомобилестроение и многих других, однако их механические характеристики недостаточно высоки для многих технических применений. Азотирование этих материалов позволяет существенно улучшить такие показатели, как твердость, износостойкость и даже коррозионную стойкость. Однако нержавеющие стали, а также титан и его сплавы являются одними из самых трудноазотируемых материалов. Сложность азотирования нержавеющих сталей, титана и титановых сплавов известными методами заключается в том, что они образуют на поверхности естественную защитную оксидную пленку, затрудняющую диффузию азота. Поэтому исследование особенностей диффузионного насыщения поверхностных слоев изделий из этих материалов азотом является актуальной научной задачей.

В первой части этой главы приводятся результаты экспериментов по азотированию нержавеющей стали. В работе использовался источник электронного пучка круглого сечения площадью 80 см^2 (рис.10), размер области с приемлемой степенью неоднородности плотности тока пучка которого был не меньше размера столика, на котором располагались азотируемые образцы.

Особенностью низкотемпературного ($T < 450^\circ\text{C}$) азотирования нержавеющей стали является то, что в результате обработки формируется метастабильный твердый раствор азота с высокой концентрацией N ($\sim 20\%$) и твердостью до 12-14 ГПа (так называемая фаза расширенного аустенита или S-фаза), обладающая значительно большей твердостью (до 12-14 ГПа)

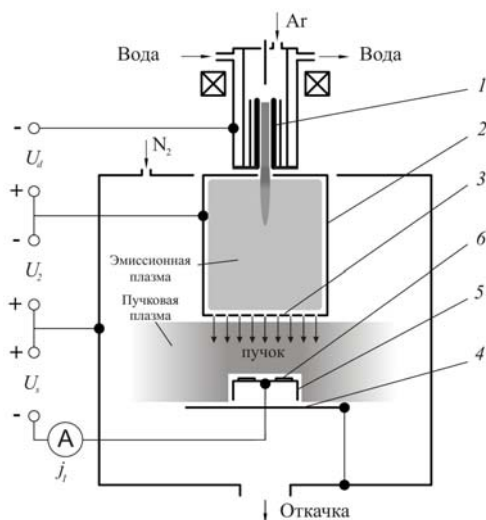


Рис. 10. Схема эксперимента по азотированию нержавеющей стали. 1 – полый катод, 2 – полый анод, 3 – сетка, 4 – коллектор пучка, 5 – изолированный столик, 6 – образцы.

и повышенной коррозионной стойкостью. Превышение этой температуры приводит к формированию мелкодисперсных нитридов хрома и потере стали коррозионной стойкости. Поэтому большая часть экспериментов по азотированию стали была выполнена при температуре 400°C.

В настоящее время среди исследователей, занимающихся проблемой ионно-плазменного азотирования нержавеющей стали, нет единого мнения о характере влияния плотности ионного потока на поверхности изделия на скорость роста азотированного слоя. Согласно одной из теорий⁷, которая учитывает вклад в диффузию азота внутренних напряжений в приповерхностном слое, обусловленных высокой концентрацией азота, рост плотности ионного тока должен приводить к соответствующему росту скорости азотирования. С другой стороны, авторы работы⁸ показали, что толщина азотированного слоя h прямо пропорциональна коэффициенту диффузии азота D и обратно пропорциональна скорости ионного распыления v_s : $h=2D/v_s$, поэтому рост плотности ионного тока и, как следствие, повышение интенсивности распыления поверхности, должен приводить к уменьшению толщины слоя. Поэтому была поставлена задача изучить влияние плотности тока ионов на толщину азотированного слоя. Разработанный генератор плазмы позволил варьировать плотность ионного тока в широких пределах (0,4 – 13 мА/см²) путем согласованного изменения тока и энергии электронного пучка для поддержания постоянной температуры образцов 400°C (табл.1).

При низкотемпературном азотировании нержавеющей стали в результате конкурирующего воздействия процессов диффузии азота и ионного распыления поверхности зависимость толщины азотированного слоя от плотности ионного тока имеет немонотонный характер (рис.11). При энергии ионов 100 эВ максимальная скорость роста азотированного слоя (7 – 8 мкм за 4 часа) достигается при плотности ионного тока 3,8 мА/см². Для определения толщины азотированных слоев был использован достаточно простой метод измерения профиля микротвердости вблизи азотированной поверхности. Характерные профили микротвердости азотированных образцов, полученные методом динамического

⁷ Galdikas A. Modeling of stress induced nitrogen diffusion in nitrided stainless steel / A. Galdikas, T. Moskalioviene // Surface and Coatings Technology. – 2011. – V. 205. – P. 3742 – 3746.

⁸ Moller W. Surface processes and diffusion mechanisms of ion nitriding of stainless steel and aluminium / W. Moller, S. Parascandola, T. Telbizova, R. Gunzel, E. Richter // Surface and Coatings Technology. – 2001. – V. 136. – P. 73 – 79.

наноиндентирования, показаны на рис.12, из которых видно, что максимальное значение твердости азотированных слоев достигает 12 ГПа.

Таблица 1

Режимы азотирования образцов из стали 12Х18Н10Т

№	U_s , В	j_i , мА/см ²	U_2 , В	I_2 , А
1	100	0,4	1080	0,3
2	100	1.4	480	0.4
3	100	2.6	290	0.9
4	100	3.7	140	1.8
5	100	4,3	95	2,7
6	100	7	55	6,5
7	100	9	65	10
8	100	13	60	13

Ядерный микроанализ показал, что концентрация азота на глубине 1,5 – 2 мкм составляет, в среднем 25%, в то время как на поверхности эта величина достигает 50%. Рентгенофазовый анализ азотированных образцов показал, что основной фазой является фаза расширенного аустенита (s -фаза), дополнительными – ϵ -фаза $Fe_{2-3}N$ и Fe_4N . Наименьшее содержание фазы Fe_4N получено для образца, азотированного при минимальной плотности тока (1,4 мА/см²), в остальных образцах ее содержание значительно больше и примерно одинаково.

Вторая часть главы посвящена азотированию технического титана в разработанной разрядной системе с радиальным извлечением электронов.

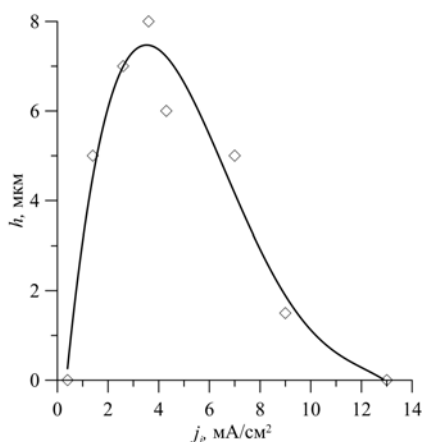


Рис. 11. Зависимость скорости роста азотированного слоя от плотности ионного тока. $P = 3$ Па, $t = 4$ ч.

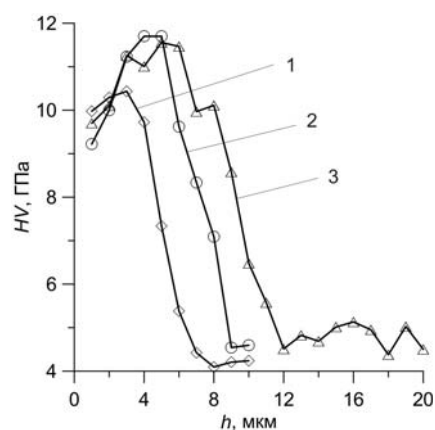


Рис. 12. Профиль микротвердости азотированных образцов. Энергия ионов 100 эВ, $P = 3$ Па, $t = 4$ ч. Плотность тока j_i : 1 – 1,4, 2 – 2,6, 3 – 3,7 мА/см².

Поскольку исследования проводились на образцах небольшой площади ($5 \times 6 \text{ см}^2$), то эмиссия электронов осуществлялась не со всей боковой поверхности полого анода, а только с ее части в пределах угла 120° , которая была перфорирована отверстиями на площади $100 \times 130 \text{ мм}$ (рис.13). В такой системе обеспечивалась приемлемая неоднородность (менее 10%) распределения плотности тока электронного пучка по поверхности образца при плотности тока $\sim 0,1 \text{ А/см}^2$.

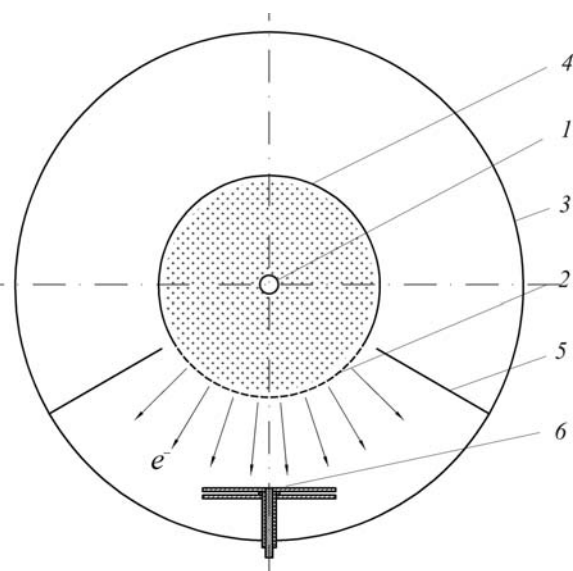


Рис. 13. Электродная схема разрядной системы. 1 – полый катод, 2 – сетка, 3 – коллектор пучка, 4 – полый анод, 5 – боковые перегородки, 6 – образец..

В ходе экспериментов была обнаружена немонотонная зависимость потенциала изолированной металлической пластины $\varphi_{пл}$ от начальной энергии электронного пучка (рис.14). Подобное поведение $\varphi_{пл}$ наблюдалось и ранее, и объяснялось авторами⁹ тем, что $\varphi_{пл}$ материалов с различными значениями коэффициента вторичной электрон-электронной эмиссии ведет себя по-разному: $\varphi_{пл}$ электрода с $\sigma_{max} < 1$ монотонно возрастает с ростом энергии электронов, тогда как при $\sigma_{max} > 1$ увеличение энергии

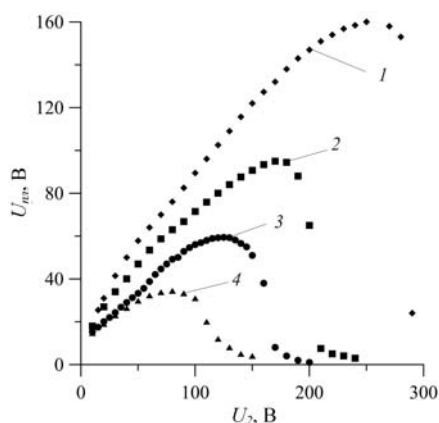


Рис. 14. Зависимость плавающего потенциала пластины от начальной энергии электронного пучка. Ток пучка 5 А. Давление Ar: 1 – 0,1, 2 – 0,3, 3 – 0,5, 4 – 1 Па.

электронов в потоке свыше значения, соответствующего $\sigma_{max}=1$, приводит к резкому снижению $\varphi_{пл}$ до значений, близких к потенциалу плазмы. Существование двух устойчивых состояний для $\varphi_{пл}$ объяснялось тем, что если при высоком отрицательном потенциале коллектора ток электронов пучка компенсируется в основном ионами, то при низком значении потенциала компенсация

⁹ Мартенс В. Я. Потенциал изолированного электрода в системе плазма-электронный пучок / В. Я. Мартенс // ЖТФ. – 1996. – Т. 66. – В. 6. – С. 70 – 76.

электронов обеспечивается преимущественно вторичной электронной эмиссией: $(j_{eb} + j_{ep})(1 - \sigma) = j_{ic}(1 + \gamma)$, где γ - коэффициент ионно-электронной эмиссии, σ - коэффициент вторичной электронной эмиссии материала коллектора, j_{eb} и j_{ep} - плотности токов электронов пучка и плазменных электронов на поверхность пластины соответственно, j_{ic} - плотность тока ионов на поверхность пластины. Однако в предложенной модели не учитывалось взаимодействие заряженных частиц с газом и плазмой и конечная ширина энергетических спектров электронного пучка. Поскольку причиной возникновения скачка потенциала с ростом энергии электронов является достижение такого состояния, при котором суммарный ток ионов и вторичных электронов не уравнивается током быстрых электронов, то такое состояние может возникать не только при использовании материалов с повышенным значением σ , но и при увеличении отношения тока ионов из плазмы к току пучка, что и было подтверждено результатами экспериментов (рис.15).

Эксперименты по азотированию титановых пластин при плавающем потенциале проводилось с использованием титановой сетки, поскольку предварительные эксперименты с сеткой, выполненной из нержавеющей стали, показали недостатки этого материала при азотировании титана и его сплавов. Образующиеся в результате ионного травления сетки продукты распыления, осаждаются на азотируемом изделии, загрязняя его поверхность и блокируя поступление активных частиц к поверхности пластины. Рентгенофазовый анализ лицевой поверхности титанового образца после азотирования при низком значении φ_{nl} (~5 – 35 В) выявил наличие в нем в значительном количестве железа, а также нитридов железа и хрома. Эксперименты по азотированию титановых образцов при различных значениях φ_{nl} выявили влияние величины потенциала на характеристики азотированных слоев. Измерение распределения микротвердости в приповерхностных слоях пластин, азотированных при $T=710^\circ\text{C}$ в течение 4-х часов, показало, что, как и в

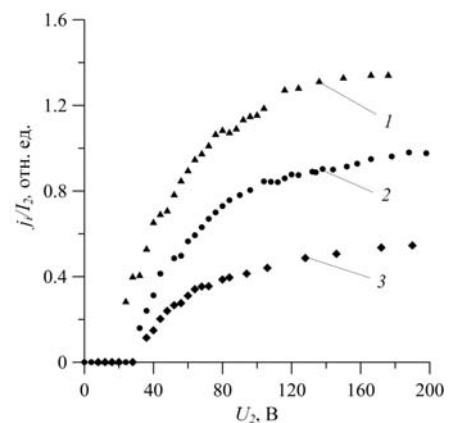


Рис. 15. Зависимость отношения ионного тока насыщения к току электронов на ускоряющий электрод от ускоряющего напряжения. Ток разряда 10 А. Давление Ar: 1 – 1, 2 – 0,5, 3 – 0,1 Па.

работе¹⁰ азотированию подверглась как лицевая поверхность, так и тыльная сторона пластины, экранированная от плазмы (рис.16). Условия азотирования для кривых 1 и 2 соответствуют режиму: $\varphi_{пл} \sim 5$ В, $U_2 = 250$ В, $I_2 = 6,5$ А, $P = 1$ Па. Особенностью кривой 3 (рис.17), полученной при высоком плавающем потенциале -79 В и пониженном давлении газовой смеси ($0,3$ Па), является повышенная микротвердость на значительной глубине, что вероятно, является следствием распыления быстрыми ионами поверхностного нитридного слоя, значительно замедляющего диффузию азота в приповерхностный слой металла. Рентгенофазовый анализ лицевой и тыльной поверхностей азотированных пластин показал, что при низком значении потенциала пластины основной фазой поверхностного модифицированного слоя с лицевой стороны пластины является твердый раствор азота в α -титане (содержание 59%), а содержание в нем δ -фазы TiN и ϵ -фазы Ti_2N составляет 21% и 20% соответственно. С тыльной стороны основной фазой также является твердый раствор азота в α -титане (содержание 66%), а содержание δ -фазы TiN и ϵ -фазы Ti_2N составило 21% и 11% соответственно. Уменьшенное суммарное содержание нитридных фаз на тыльной поверхности пластины можно объяснить экранировкой этой поверхности от потока частиц, распыляемых с поверхности сетки и осаждающихся на лицевую поверхность пластины. При высоком отрицательном потенциале пластины суммарное содержание нитридных фаз значительно снижается (содержание δ -фазы TiN и ϵ -фазы Ti_2N составило 8% и 16% соответственно), а количество основной фазы, напротив, возрастает до 71%. Таким образом, изменяя величину плавающего потенциала азотируемого изделия и ускоряющее напряжение между сеткой плазменного катода и коллектором можно варьировать фазовый состав формирующегося модифицированного приповерхностного слоя.

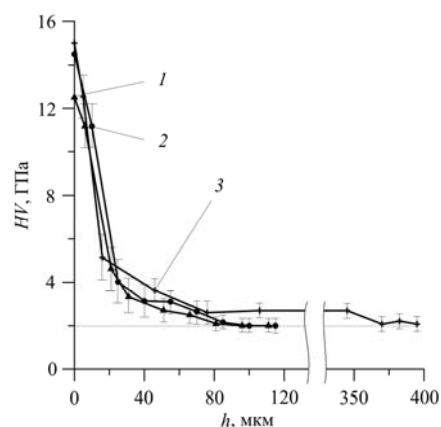


Рис. 16. Профили распределения микротвердости в поперечном шлифе титановой пластины: 1 — тыльная сторона, 2, 3 — лицевая сторона.

¹⁰ Неровный Е. А. Азотирование поверхности титановых сплавов дуговой плазмой низкого давления / Е. А. Неровный, В. В. Перемитько // Физика и химия обработки материалов. — 1995. — № 3. — С. 49 — 54.

В заключении изложены основные результаты, полученные в работе, данные по количеству опубликованных работ автора, приводится оценка личного вклада соискателя в работу.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Разработан генератор плазмы на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом с газоразрядной вспомогательной ячейкой инициирования разряда и тепловыми экранами. Впервые показана возможность использования титана для изготовления термохимических самонакаливаемых полых катодов. Определен режим тренировки титанового катода, обеспечивающий формирование фазы TiN по всей толщине стенки катода в активной зоне за время ~ 4 ч и позволяющий использовать его при токах разряда до 50 А и потоках рабочего газа (аргон, азот) 10 – 50 см³/мин. Расчетный ресурс TiN -катода при прокачке азота составляет 450 – 90 ч при токах разряда 10 – 50 А. Измерения температуры внешней поверхности катода в активной зоне и численные оценки температуры эмиссионной поверхности катода свидетельствуют о том, что эффективная работа выхода сформированного катода из нитрида титана не превышает 3,5 эВ.

2. Разработан источник широкого радиально-расходящегося электронного пучка. Поперечное извлечение электронов обеспечивает близкое к однородному распределение плотности тока. Азимутальная неоднородность распределения плотности тока на коллекторе не превышает 10% в диапазоне давлений 0,5 – 1,5 Па, а в направлении, параллельном оси электронного источника, высота области на коллекторе с неоднородностью $\pm 10\%$ составляет ~ 80 мм. Максимальная плотность ионного тока, полученная в разрядной системе с радиальным извлечением электронов, составила свыше 12 мА/см²,

3. Для азотирования аустенитной нержавеющей стали при температуре 400°С впервые экспериментально получен немонотонный характер зависимости скорости азотирования от плотности ионного потока. Максимальная скорость роста азотированного слоя (7 – 8 мкм за 4 ч) достигается при плотности ионного тока 3,8 мА/см² и энергии ионов 100 эВ.

4. Реализован способ управления потенциалом изделия, помещенного в плазму электронного пучка путем изменения давления газовой смеси и ускоряющего напряжения, что позволяет регулировать интенсивность распыления поверхностного слоя азотируемого изделия и

дает возможность формировать на поверхности изделий модифицируемые слои нужного фазового состава и с требуемыми механическими характеристиками.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Gavrilov N.V. Source of radially divergent electron beam based on self-heating hollow cathode discharge / N. V. Gavrilov, A. I. Menshakov // 16th International Symposium on High-Current Electronics - 2010, - Tomsk, Russia. – P. 27 – 30.

2. Гаврилов Н.В. Влияние параметров электронного пучка и ионного потока на скорость плазменного азотирования аустенитной нержавеющей стали / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // 10я Международная конференция «Пленки и покрытия» - 2011, - Санкт-Петербург, Россия. – С. 122 – 125.

3. Трахтенберг И. Ш. Влияние азотирования инструментальной стали Р6М5 на абразивную износостойкость алмазоподобных покрытий / И. Ш. Трахтенберг, С. А. Плотников, Т. Е. Куренных, В. А. Югов, Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // 10я Международная конференция «Пленки и покрытия» - 2011, - Санкт-Петербург, Россия. – С. 259 – 261.

4. Gavrilov N.V. Effect of ion flux parameters on the rate of austenitic stainless steel nitriding in electron beam generated plasma / N. V. Gavrilov, A. I. Menshakov // 1st International conference “Nanomaterials: Application and Properties” – 2011, Alushta, the Crimea, Ukraine. – V. 1(2). – P. 417 – 419.

5. Гаврилов Н.В. Азотирование титана в плазме электронного пучка при плавающем потенциале образцов / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // 4-й Международный крейнделевский семинар «Плазменная эмиссионная электроника» - 2012, Улан-Удэ, Россия. – С. 130 – 137.

6. Гаврилов Н.В. Особенности работы крупноструктурного сетчатого плазменного катода при повышенных давлениях / Н. В. Гаврилов, А. С. Каменецких, А. И. Меньшаков // 4-й Международный крейнделевский семинар «Плазменная эмиссионная электроника» - 2012, Улан-Удэ, Россия. – С. 7 – 13.

7. Гаврилов Н.В. Источник широких электронных пучков с самонакаливаемым полым катодом для плазменного азотирования нержавеющей стали / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // Приборы и техника эксперимента. – 2011. - №5. – С. 140 – 148.

8. Гаврилов Н.В. Влияние параметров электронного пучка и ионного потока на скорость плазменного азотирования нержавеющей стали

/ Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // Журнал технической физики. – 2012. – Т. 82. – В. 3. – С. 88 – 93.

9. Гаврилов Н.В. Экспериментальное исследование условий перехода в сильноточный режим разряда с самонакаливаемым полым катодом из титана в среде азота / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // Письма в журнал технической физики. – 2012. – Т. 38. – В. 22. – С. 58 – 64.

10. Гаврилов Н.В. Низкотемпературное азотирование нержавеющей стали в плазме электронного пучка при 400°C / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков // Физика и химия обработки материалов. – 2012. - №5. – С. 31 – 36.

11. Гаврилов Н.В. Потенциал изолированного электрода в потоке быстрых электронов при давлении газа 0,1 – 1 Па / Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков, А. С. Каменецких // Журнал технической физики. – 2013. – Т. 83. – В. 1. – С. 74 – 79.

12. Gavrilov N.V. Low-temperature (400°C) Nitriding of 12Cr18Ni10Ti Steel in Electron-Beam-Generated Plasma / N. V. Gavrilov, A. I. Menshakov // Известия высших учебных заведений – Физика. – 2012. - №12/2. – С. 80 – 85.