

PACS numbers: 61.05.cp, 61.72.Ff, 62.20.Qp, 81.15.-z, 81.40.Ef, 81.65.Kn, 81.65.Lp

## **Зміцнення трубопресового інструмента для виробництва корозійностійких труб шляхом нанесення зносостійких нанопокриттів**

Л. С. Кривчик<sup>1,3</sup>, Т. С. Хохлова<sup>1</sup>, В. Л. Пінчук<sup>3</sup>, Л. М. Дейнеко<sup>1</sup>,  
В. О. Столбовий<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Український державний університет науки і технологій,  
просп. Гагаріна, 4,  
49600 Дніпро, Україна*

<sup>2</sup>*Інститут фізики твердого тіла, матеріалознавства і технологій,  
ННЦ «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України,  
вул. Академічна, 1,  
61108 Харків, Україна*

<sup>3</sup>*ВСП «Нікопольський фаховий коледж  
Українського державного університету науки і технологій»,  
просп. Трубників, 18,  
53210 Нікополь, Україна*

Під час виробництва труб із корозійностійких криць на трубопркатних установках актуальною проблемою є низька стійкість трубного інструмента. Тому створення високопродуктивних і стійких в експлуатації інструментів пов'язане, у першу чергу, з одержанням й обробленням таких матеріалів, які могли б протистояти жорстким умовам роботи. В роботі запропоновано технологію термозміцнення трубного інструмента (матричних кілець складних матриць) для пресування корозійностійких труб на горизонтальних трубопрофільних пресах з криць 4Х5МФ1С і 5Х3ВЗМФС, яка передбачає проведення після загартування з відпуском комбінованого оброблення шляхом проведення йонного азотування в газовій плазмі двоступеневого вакуумно-дугового розряду (ДВДР) з подальшим нанесенням в єдиному технологічному циклі зносостійких одно- та багат шарових нанопокриттів на модернізованій установці типу «Булат-6» в ННЦ «ХФТІ». Завдяки запропонованій технології підвищуються міцність, зносостійкість, а також твердість (значення мікротвердості на поверхні нанопокриття — 23000–25000 МПа). Проведено широкий комплекс досліджень структури основного металу і покриття та промислові випробування інструмента. Показано, що проведення комбінованого оброблення матричних кілець після термозміцнення інструмента (йонного азотування в плазмі ДВДР з одноча-

сним нанесенням зносостійких нанопокриттів) значно (на 30–40%) збільшує експлуатаційні властивості інструмента та термін його експлуатації, а також якість його поверхні, що значно поліпшує внутрішню поверхню корозійностійких труб.

In the production of pipes made of corrosion-resistant steels on pipe rolling plants, the current problem is the low stability of the pipe tool. Therefore, the creation of high-performance and durable tools is associated primarily with the production and processing of materials that could withstand harsh working conditions. The technology of heat hardening of a pipe tool (matrix rings of complex matrices) for pressing of corrosion-resistant pipes on horizontal pipe-profile presses made of steels X40CrMoV5-1-1 and 30WCrV17-2 is offered, which provides carrying out, after hardening with tempering of combined processing, wear-resistant single- and multilayer nanocoatings at the 'Bulat-6' installation of the plasma technology laboratory of NSC 'KhIPT'. As a result of the proposed technology, strength, wear resistance, and hardness increase (the value of microhardness on the surface of the nanocoating is of 23000–25000 MPa). A wide range of studies of the structure of the base metal and coating and industrial testing of the tool are carried out. As shown, the combined treatment of matrix rings after heat hardening of the tool (ion nitriding in the plasma of two-stage vacuum-arc discharge with simultaneous application of wear-resistant coatings) increases significantly the performance of the tool and its service life, as well as its surface quality, which significantly increases the quality of the inner surface of corrosion-resistant pipes.

**Ключові слова:** пресування, інструмент, твердість, легування, покриття, матричне кільце, азотування, вакуумно-дугові покриття, наноструктура, мікротвердість.

**Key words:** pressing, tool, hardness, alloying, coating, matrix ring, nitriding, vacuum-arc coatings, nanostructure, microhardness.

*(Отримано 6 грудня 2021 р.; після доопрацювання — 13 травня 2022 р.)*

## 1. ВСТУП

Виробництво труб є найбільшою галуззю промисловості України.

Корозійностійкі труби мають попит у різних областях і сферах: машинобудуванні, атомній енергетиці, ракетобудуванні та нафтохімічному комплексі, в компаніях енергетичної промисловості та металургійного виробництва, в хімічній промисловості, інших галузях промисловості. Також труби цієї категорії активно використовуються і в харчовій промисловості не тільки у вигляді трубопроводів, але і як баки, ємності. Корозійностійкі труби мають попит і у фармацевтичній промисловості, і все частіше їх використовують в архітектурі та дизайні (труби можна застосовувати як будівельний і обробний матеріал для зведення різного

роду споруд і об'єктів). Широко використовуються труби цієї категорії в системах комунального господарства (холодного та гарячого водопостачання, оскільки корозійностійка криця не спричиняє негативну дію на якість води, в системах опалення) [1]. Труби з корозійностійкої криці є основними елементами для виробництва всілякого технічного устаткування. Їх використовують для зовнішніх трубопровідних конструкцій, для прокладки усередині приміщень [2].

Таке щонайширше застосування достатньо легко пояснити, оскільки корозійностійкі труби мають безліч найбільш цінних і основних експлуатаційних характеристик.

Для виробництва корозійностійких труб пресуванням і вальцюванням потрібна велика кількість трубного інструмента, вартість якого становить до 25% від вартості переробки всього трубопркатного цеху.

Правильний вибір матеріалів, параметрів зміцнювальних технологій трубного інструмента визначає якість процесів вальцювання та пресування труб з високолегованих марок криць для відповідальних галузей промисловості України [3].

Широке поширення одержав процес виробництва крицевих труб методом пресування на гідравлічних пресах. Спосіб гарячого пресування дає змогу виготовляти труби із усіх криць і стопів, які важко деформуються.

Особливістю виробництва труб пресуванням з корозійностійких і високолегованих криць є низька стійкість пресового інструмента (табл. 1).

Процес пресування труб полягає у вичавлюванні металу через кільцевий зазор, утворений матрицею й оправкою (рис. 1) [3].

Закладена в контейнер заготовка під дією преса-штемпеля переміщається, і метал вичавлюється в замкнений кільцевий зазор, утворений матрицею та голкою (оправкою).

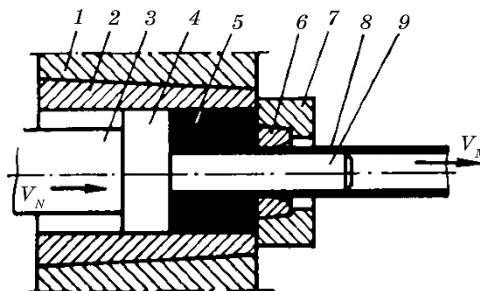
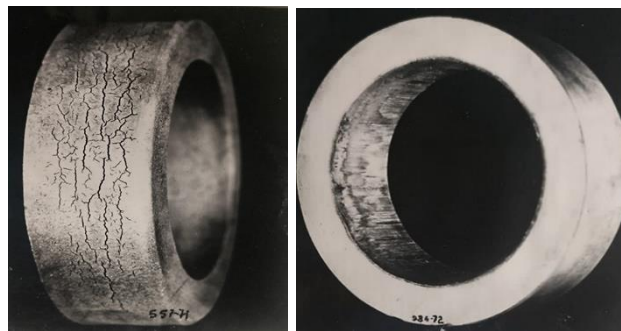
Пресування найбільш доцільне під час виробництва труб з високолегованих, низькопластичних криць і стопів, виробів біметалевих і зі складною конфігурацією перетину.

Матриця є найбільш важливим інструментом, в якому змінюється форма заготовки; тому вона — найбільш зношена частина пресового інструмента. Основні причини руйнування матриць: втрата форми та розмірів каналу, крихке руйнування та тріщини розпаду [1].

Динамічне навантаження матриць забезпечує появу тріщин у місці концентрації напружень і температурних градієнтів, а також наступні крихкі руйнування. В результаті дії температурних і структурних напружень на робочих поверхнях матриць з'являються сітки тріщин розпаду, які поступово розширюються та заповнюються пресованим металом, що в подальшому призво-

ТАБЛИЦЯ 1. Стійкість пресового інструмента [3].<sup>1</sup>

Інструмент	Стійкість для труб із		
	вуглецевих криць	неіржавійних криць	стопів і високолегованих криць
Матричні кільця і вставки	300–500	до 5–7	до 5
Трубні оправки (голки)	300–500	50–80	20–50
Внутрішні втулки-контейнери	2000–3000	400–600	до 300
Штемпельні головки	5000–10000	2500–5000	1000–2000

Рис. 1. Схема пресування труби.<sup>2</sup>Рис. 2. Дефекти матричних кілець.<sup>3</sup>

дить до руйнування матриць (рис. 2).

Якість труб, одержаних пресуванням, визначається значною мірою стійкістю інструмента.

Робочий інструмент працює в умовах високих температур, інтенсивних швидкостей ковзання та значного питомого тиску, що

зумовлює необхідність використання високолегованих теплостійких інструментальних криць, які мають підвищену в'язкість і міцність [4].

Умови роботи пресового інструмента характеризуються значними тепловими та силовими навантаженнями на інструмент. При гарячому пресуванні температура нагріву заготовок з різних матеріалів становить від 400 до 1600°C, а робочі шари інструмента можуть нагріватися до 800°C і вище. Тиск на ґравюру матриць сягає 1000 МПа [5].

З урахуванням умов експлуатації до матеріялу ставляться такі вимоги: висока теплостійкість, в'язкість, висока розпалостійкість, зносостійкість, жаротривкість, висока теплопровідність [6].

Комплекс властивостей, якими має володіти пресовий інструмент, досягається використанням під час його виготовлення жароміцних криць аустенітного та мартенситного класів, легованих Хромом, Вольфрамом, Ніклем, Молібденом. Для виготовлення матричних кілець збірних матриць горизонтальних трубопрофільних пресів використовують удруге тверді криці 5ХЗВЗМФС і 4Х5МФ1С, які піддають термічному обробленню [7]. Таким чином, певний інтерес представляє розробка та коректування методів термічного оброблення та нанесення спеціальних нанопокриттів для підвищення зносостійкості інструмента.

## 2. АНАЛІЗА ЛІТЕРАТУРНИХ ДАНИХ І ПОСТАНОВКА ПРОБЛЕМИ

Під час експлуатації інструмента одним з основних видів руйнування є знос (зношування). Встановлено, що 85–90% інструмента, що використовується в процесах деформування, виходить з ладу в результаті зносу та тільки 10–15% з інших причин [8].

Знос — процес руйнування та відділення матеріялу з поверхні інструмента та (або) накопичення його залишкової деформації під час тертя, який проявляється у поступовій зміні розмірів і (або) форми інструмента (ГОСТ 23002-78).

Знос пов'язаний з ковзанням заготовки, яка деформується, по поверхні інструмента за наявності тертя між ними. Як показує практика, стиранню сприяють нормальні та дотичні напруження, що діють спільно або роздільно. За зносу поверхня інструмента набуває нерегулярного поглиблення, що переходить у наступній стадії в сітку тріщин. Дотичні напруження є причиною утворення канавок, що тягнуться вздовж напрямку течії деформованого металу [3].

Основним видом зміцнення трубного інструмента є використання термічного та хеміко-термічного оброблень. За допомогою хеміко-термічного оброблення (ХТО) можна підвищити поверхневу твердість, зносостійкість, втомну міцність, корозійну стійкість, жужелицетривкість деформувального інструмента. Найчас-

тіше використовуються такі процеси ХТО: цементация, нітроцементация, азотування, борування, ціянування, оксидування та дифузійне хромування [9].

Азотування застосовується для підвищення зносостійкості пресового інструмента, штампів об'ємного штампування холодного та гарячого деформувань після повного виготовлення. Азотування підвищує твердість, а також сприяє утворенню на поверхні залишкових стискальних напружень. Азотована поверхня зберігає свою твердість після нагрівання до 500–550°C. Достатньо ефективним є йонне азотування, за якого нагрів деталю відбувається за рахунок бомбардування його поверхні йонами, пришвидшеними в області катодного падіння потенціалу потужного струмового жеврійного розряду або дугового розряду [10]. Йонне азотування (в порівнянні з пічним) має наступні переваги: пришвидшує дифузійні процеси на порядок, уможлиблює одержати дифузійний шар регульованого складу та будови, характеризується незначними деформаціями виробів і високим класом чистоти поверхні, дає змогу азотувати корозійностійкі жароміцні та мартенситостаріючі криці без додаткового депасивувального оброблення, значно скорочує загальний час процесу за рахунок зменшення часу нагрівання й охолодження садки, має велику економічність, підвищує коефіцієнт використання електроенергії, скорочує витрату насичувальних газів, нетоксичне та відповідає вимогам щодо захисту навколишнього середовища [11].

Одним з перспективних напрямів підвищення стійкості інструмента є його зміцнення зносостійкими нанопокриттями. Нанесення наноструктурних покриттів проводиться вакуумно-дуговим методом осадження нітридів металів на установках «Булат», а також методом осадження з газової фази на установці «Пуск». Методом конденсації з йонним бомбардуванням наносяться різні за складом покриття. Найбільшого поширення набули покриття з нітриду та карбіду Титану; рідше застосовуються покриття з нітриду та карбіду Молібдену, Цирконію, Ванадію, Ніобію та ін. Методом конденсації з йонним бомбардуванням не можна зміцнювати внутрішні, приховані поверхні. Слід зазначити також високу початкову вартість устаткування та складність його експлуатації [12].

Методом осадження з газової фази наносяться покриття з карбідів Хрому, Титану, Ніобію, Ванадію, Цирконію. Після покриття крицевий інструмент піддається зміцнювальному термообробленню. Метод відрізняється простотою та невисокою вартістю пристроїв, які застосовуються [13].

У поліпшенні експлуатаційних властивостей високонавантажених деталей і вузлів тертя прокатного та трубопрокатного обладнання не знайшли широкого застосування зносостійкі пок-

риття. Тому проблема використання зносостійких покриттів для зміцнення трубного інструмента є недостатньо вивченою, хоча і має широкі перспективи використання та значні переваги [14].

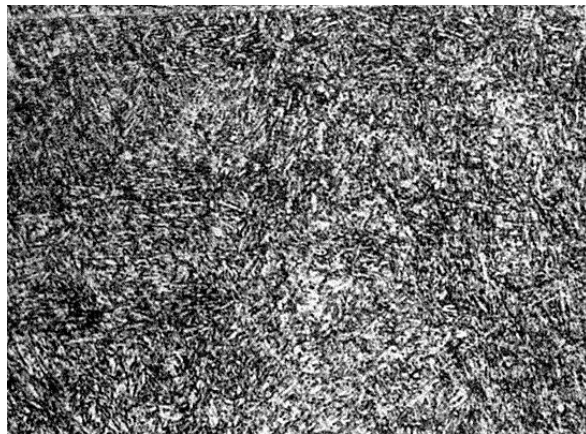
Пошук раціональних шляхів зміцнення та підвищення трибо-технічних характеристик трубного інструмента являє собою актуальну задачу у виробництві труб з високолегованих криць [3].

Для вирішення цієї задачі в даній роботі проведено реальні дослідження та випробування на чинних підприємствах, розроблено параметри сучасних зміцнювальних технологій і запропоновано методи оптимізації режимів термічного та хеміко-термічного оброблень, нанесення зносостійких нанопокриттів.

Традиційна технологія термозміцнення інструмента з штампових криць являє собою загартування з наступним відпуском. Загартування проводиться для розчинення значної частини карбідів і одержання високолегованого мартенситу. Тому температури загартування є підвищеними й обмежуються лише необхідністю зберегти дрібне зерно та достатню в'язкість [6].

Наступний відпуск викликає додаткове зміцнення внаслідок дисперсійного твердіння. Для підвищення в'язкості його виконують найчастіше за більш високих температур на більш низьку твердість у 45–52 HRC і трооститну структуру (рис. 3).

Нагрівання до 1080–1100°C створює достатньо повне насичення аустеніту (мартенситу) та високі міцнісні властивості. Більше нагрівання не потрібне; воно вже мало поліпшує теплостійкість, але викликає значний ріст зерна в крицях і сильно погіршує в'язкість, пластичність і розпалостійкість. У загартуванні важливим завданням є захист від знеуглецювання; оскільки темпе-



**Рис. 3.** Мікроструктура криці 4X5MФ1С після загартування від 1070°C, відпущеної за 550–570°C (1 відпуск), 530–550°C (2 відпуск) (троостит відпуску),  $\times 500$ .<sup>4</sup>

ратури загартування є високими, обов'язковим є застосування заходів захисту (найдоцільніше нагрівання — в соляних ваннах).

Після загартування дані криці рекомендується поостуджувати на повітрі до  $950\text{--}900^\circ\text{C}$ , а потім охолоджувати в маслі або полімерних загартувальних середовищах задля можливості регулювання процесу загартування.

Операцію відпуску виконують негайно після загартування з метою запобігання тріщин. Як правило, відпуск роблять на твердість у  $45\text{--}52\text{ HRC}$ . Оскільки під час нагрівання для відпуску в структурі зберігається багато аустеніту, доцільне проведення дворазового відпуску. Температура другого відпуску може бути на  $10\text{--}20^\circ\text{C}$  нижче, а його тривалість на  $20\text{--}25\%$  менше, ніж для першого відпуску. Охолодження після відпуску проводиться на повітрі [5].

Графік термічного оброблення пресового інструмента з використанням йонного азотування показано на рис. 4.

Дослідження показали, що відмінною рисою мікроструктури азотованого шару після йонно-плазмового азотування є наявність

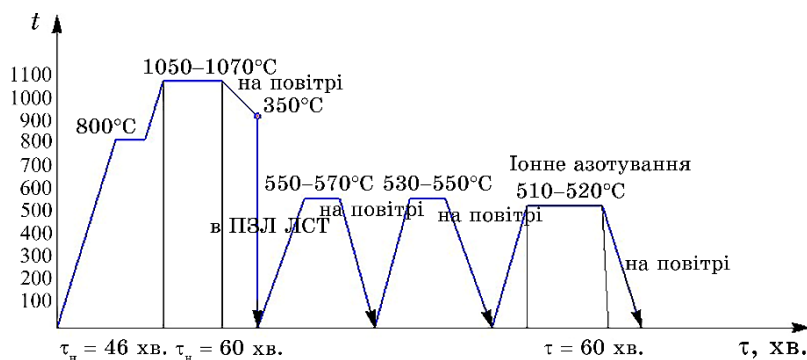


Рис. 4. Графік термічного оброблення матричного кільця з криці 4X5MФ1С з використанням йонного азотування.<sup>5</sup>

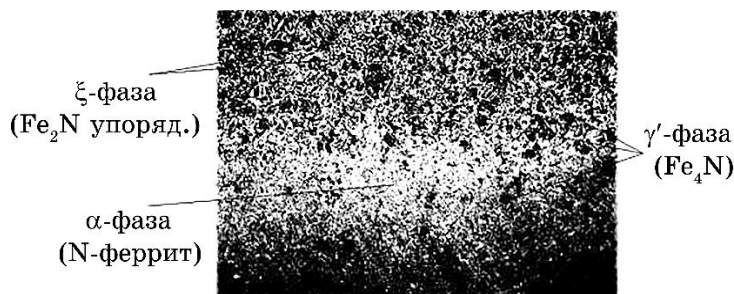


Рис. 5. Мікроструктура азотованого шару криці 4X5MФ1С після азотування,  $\times 400$ .<sup>6</sup>



дуже міцної дрібнодисперсної  $\epsilon$ -фази. Завдяки наявності в шарі цієї фази поверхнева твердість деталей, що азотуються, вище майже на 160–180 *HV*, ніж за газового азотування.

Після проведення азотування азотований шар на поверхні складається з нітридної зони  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  ( $\epsilon$ -фаза) та  $\text{Fe}_4\text{N}$  ( $\gamma'$ -фаза) і підшару азотистого фериту ( $\alpha$ -фаза), в якому під час охолодження виділяються нітриди Хрому, Молібдену, Алюмінію (рис. 5).

Нанесення керамічних нанопокриттів на попередньо азотовані криці є типовим прикладом комбінованого оброблення виробів.

Вакуумно-дуговий розряд використовується в промислових технологіях модифікування поверхні для одержання унікальних характеристик осаджених покриттів. Розряд у парах матеріялу катода (метал, стоп, кремній, графіт та ін.) створює потоки плазми з початковою енергією йонів у десятки та сотні (для тяжко-топких металів) електрон-вольтів. В потоках плазми також містяться краплі розтопленого матеріялу катода [15].

З катодних плям, в яких густина струму складає близько  $10^6$  А/см<sup>2</sup> і температура — до 5000°C, випускаються потоки плазми з частинок матеріялу катода зі ступенем йонізації їх, яка сягає 100%, а за допомогою магнетних полів можна керувати напрямком і густиною цих потоків [16].

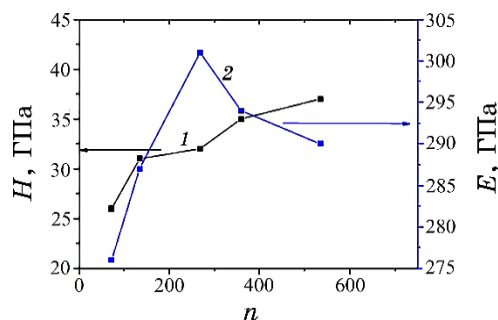
Кількість йонів, кратність їхнього заряду й енергія мають тенденцію до збільшення з ростом температури топлення матеріялу катода. При осадженні у високому вакуумі на підкладинці утворюється шар матеріялу, товщина якого пропорційна часу та густині плазмового потоку.

Під час напуску у вакуумну камеру газів (азоту, кисню, сірководню, вуглецевмісних газів тощо) на підкладинці синтезуються плівки, що складаються із сполук цих газів із матеріялами, які випаровуються. Регулюванням енергії йонів зміною нег'ативного потенціялу на підкладинці можна управляти властивостями покриттів, забезпечуючи необхідні фізико-механічні, антикорозійні й інші характеристики [10].

Високий ступінь йонізації плазми дає можливість проводити очищення поверхні підкладинки у високому вакуумі її розпорощенням йонами випарного матеріялу і, тим самим, забезпечувати дифузійний зв'язок із покриттям і, отже, високу адгезію.

Особливістю наноструктурних покриттів є значне збільшення поверхневої твердості та зносостійкості інструмента. Найбільш універсальною характеристикою механічних властивостей покриттів є їхня твердість. На рисунку 6 показано дані стосовно твердості (*H*) і модуля пружності (*E*) багат шарових покриттів TiN/ZrN в залежності від кількості шарів (нанесених за один і той же проміжок часу) [10].

Збільшення кількості шарів у покритті приводить до збіль-



**Рис. 6.** Графік залежності твердості (1) та модуля пружності (2) від числа шарів у покриттях ZrN/TiN, осаджених за  $-200$  В.<sup>7</sup>

шення міцності та твердості інструмента, оскільки міжшарові межі перешкоджають зсуву дислокацій і понижують пластичну деформацію.

### 3. МЕТА ТА ЗАДАЧІ ДОСЛІДЖЕННЯ

Метою дослідження є удосконалення методів зміцнення основного трубопресового інструмента — матричних кілець складних матриць горизонтальних трубопрофільних пресів для пресування важкодеформівних корозійностійких труб з метою підвищення їхньої стійкості за експлуатації в порівнянні з традиційними засобами зміцнення — термічним та хеміко-термічним обробленнями.

### 4. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

Для виготовлення основного трубопресового інструмента (матричних кілець збірних матриць горизонтальних трубопрофільних пресів) найчастіше використовують удруге тверді напівтеплостійкі криці мартенситного класу 4X5MФ1С і 5X3В3МФС, які піддають термічному обробленню (загартуванню з відпуском). З метою зміцнення інструмента в роботі запропоновано після загартування з відпуском виконати йонне азотування у плазмі двоступеневого вакуумно-дугового розряду (ДВДР) із нанесенням зносостійких одно- та двошарових нанопокриттів.

Хемічний склад криць наведено в табл. 2 і 3.

Характерною рисою криць 4X5MФ1С і 5X3В3МФС є комплексне легування та схильність до дисперсійного твердіння. Високий рівень легування сприятливо впливає на міцність, прогартованість, теплостійкість криці та дає можливість використовувати її для інструментів, що розігріваються в процесі роботи до  $600^{\circ}\text{C}$ .

**ТАБЛИЦЯ 2.** Хемічний склад криці 4Х5МФ1С, мас.% (ГОСТ 5950-73) [4].<sup>8</sup>

C	Si	Mn	Cr	V	Mo	Ni	Cu	S	P
						не більше			
0,32	0,90	0,20	4,50	0,30	1,20	0,35	0,30	0,30	0,03
0,40	1,20	0,50	5,50	0,50	1,50				

**ТАБЛИЦЯ 3.** Хемічний склад криці 5Х3В3МФС, мас.% (ГОСТ 5950-73) [4].<sup>9</sup>

C	Si	W	Mn	Cr	V	Mo	Ni	Cu	S	P
							не більше			
0,45–0,55	0,8–1,1	2,8–3,3	0,15–0,45	2,5–3,5	0,3–0,5	1,2–1,5	0,35	0,30	0,03	0,03

Дисперсійне твердіння забезпечує гарні деформаційні властивості інструмента [6].

Комбіноване оброблення матричних кілець, що включає азотування з наступним осадженням керамічних покриттів в єдиному технологічному процесі, було проведено з використанням ДВДР у вакуумно-дугових установках типу «Булат» (ННЦ «ХФТІ») (рис. 7).

В роботі 3 (три) кільця з криці 5Х3В3МФС діаметром у 73,5 мм і 71,5 мм і 2 (два) кільця з криці 4Х5МФ1С діаметром у 73,5 мм було піддано йонному азотуванню в плазмі двоступеневого дугового розряду в модифікованій установці «Булат-6» в ННЦ «ХФТІ» (м. Харків).

Кільця було виготовлено на ТОВ «Метінсервіс Груп» (м. Нікополь) і піддано зміцнювальному термічному обробленню (ступеневому загартуванню з 1080–1100°C та дворазовому відпуску за 550–570°C (1 відпуск) та 530–550°C (2 відпуск)).

Внаслідок низької стійкості матричних кілець (до 5–6 пресувань) запропоновано удосконалена технологію термозміцнення кілець — після загартування з відпуском виконано комбіноване оброблення, яке включає азотування з наступним осадженням керамічних нанопокриттів в єдиному технологічному процесі.

Схему модернізованої установки «Булат» показано на рис. 8. Камеру відкачували до  $1 \cdot 10^{-3}$  Па, напускали в неї азот до тиску у 0,1–0,5 Па, включали випарник 2 та подавали на катоду випарника 4 позитивну напругу від джерела 7 (положення II перемикача 9); між

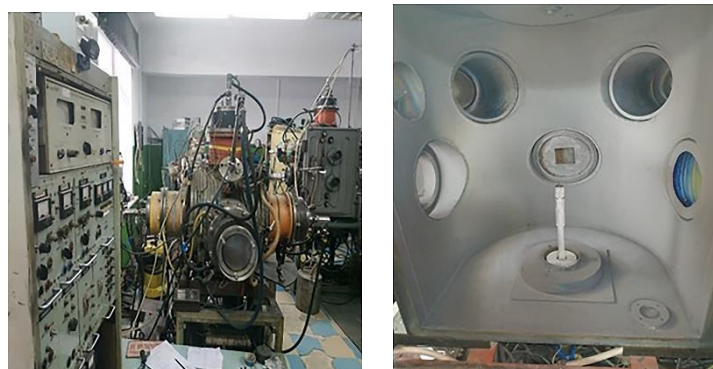


Рис. 7. Лабораторія плазмових технологій ННЦ «ХФТІ».<sup>10</sup>

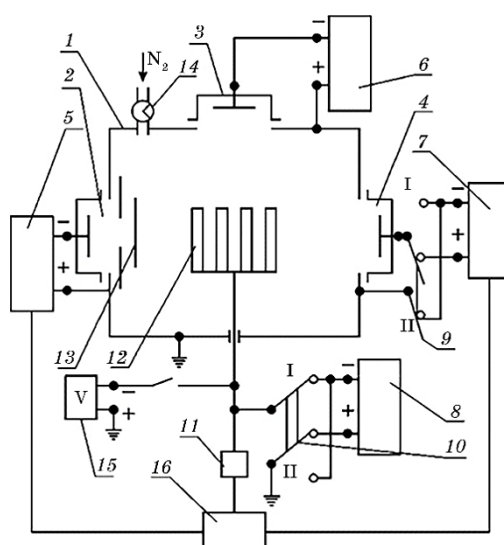


Рис. 8. Схема вакуумно-дугової установки для йонного азотування.<sup>11</sup>

корпусом вакуумної камери та катодою випарника 4, в даному випадку анодою, запалюється дуговий газовий розряд, який підтримується джерелом 7 (струм газового розряду — 200 А).

Матричні кільця (3 штуки) й експериментальні зразки з розмірами 20×20×3 мм попередньо промивали лужним розчином в ультразвуковій ванні, а потім нефрасом С2-80/120. Зразки завантажували в модернізовану установку типу «БУЛАТ-6». На інструменти подавали позитивну напругу перемикачем 10, регулюючи величину струму в джерелі 8 у межах декількох десятків амперів з метою підтримки температури інструментів на рівні

450–500°C. Електронне бомбардування забезпечувало нагрів і азотування інструментів. Азотування за позитивного потенціалу уможливило істотно зменшити ймовірність виникнення на інструментах мікродуг і уникнути йонного «розщавлення» їхньої поверхні. Після досягнення необхідної товщини азотованого шару ( $\cong 30$  мкм) на інструмент подавали негативну напругу.

За триваючого азотування одночасно відбувалося очищення поверхні йонами Нітрогену [16].

Йонне очищення з активацією поверхні підкладинок проводилося пришвидшеними йонами Нітрогену в газовій плазмі дугового розряду за тиску азоту у 0,66 Па. Для створення газового розряду в робочому об'ємі камери необхідно включити випарник 2; тоді створюється газо-металева плазма, яка через екран 3 буде емітером електронів для газового розряду в об'ємі робочої камери 1 (рис. 8). З подачею на корпус вакуумно-дугового випарника 6 позитивного потенціалу перемикачем 8 від джерела живлення дуги в присутності азоту під тиском у 0,05–0,5 Па в робочому об'ємі камери виникає газовий дуговий розряд. З подачею на підкладинку 4, а отже, і на деталі високого негативного потенціалу –1000––1300 В відбувається її розігрів за рахунок бомбардування йонами Нітрогену до температури у 480–540°C, що забезпечує процеси азотування на поверхні зразків. Температура підкладинок надалі підтримується зміною величини негативного постійного потенціалу 9. Тривалість процесу азотування залежить від потрібної товщини шару та температури підкладинки; в даному випадку час азотування — 1 година [10].

Після процесу азотування (відразу на гарячий деталь) проводиться осадження наноструктурного покриття TiN в єдиному технологічному циклі. Струм дугового розряду на катоді Ti — 100 А. Віддаль від катода до деталей — 500 мм. Осадження покриттів здійснювалося за негативного потенціалу у –200 В (9) і безперервного обертання поворотного механізму. Час напорошення покриття — 90 хв. [16].

Нітриди Титану мають золотистий колір, відтінки якого змінюються в залежності від вмісту в них Нітрогену. Покриття, одержані за малих тисків азоту, мають ясно-жовтий колір. З підвищенням тиску їхній колір стає темно-жовтим з червонуватим відливом [11].

Матричні кільця (2 штуки) й експериментальні зразки з розмірами 20×20×3 мм попередньо промивали лужним розчином в ультразвуковій ванні, а потім нефрасом С2-80/120. Зразки завантажували в модернізовану установку типу «БУЛАТ-6». Вакуумну камеру 1 відкачували до тиску  $p = 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па.

Йонне очищення з активацією поверхні підкладинок проводилося пришвидшеними йонами Нітрогену в газовій плазмі дугово-

го розряду за тиску  $p_N = 0,66$  Па. Для створення газового розряду в робочому об'ємі камери необхідно включити випарник 2; тоді створюється газо-металева плазма, яка через екран 3 буде емітером електронів для газового розряду в об'ємі робочої камери 1. За подачі на корпус вакуумно-дугового випарника 7 позитивного потенціалу перемикачем 9 від джерела живлення дуги в присутності азоту під тиском у  $0,05-0,5$  Па в робочому об'ємі камери виникає газовий дуговий розряд. З подачею на підкладинку 4, а отже, і на зразки 6 високого негативного потенціалу  $-1000-1300$  В відбувається її розігрів за рахунок бомбардування йонами Нітрогену до температури у  $480-540^\circ\text{C}$ , що забезпечує процеси азотування на поверхні зразків. Температура підкладинок надалі підтримується зміною величини негативного потенціалу 10. Тривалість процесу азотування була в 1 годину.

Після процесу азотування проводиться осадження багат шарових покриттів TiZrN/NbN. Струм дугового розряду на катоді TiZr = 100 А (8), струм дуги катоди Nb = 125 А (13). Віддаль від катод до зразків — 500 мм. Командоконтролером (11) регулюється тривалість нанесення кожного шару; зокрема, в даній роботі обертання здійснювалося безперервно. Осадження покриттів здійснювалося за негативного потенціалу у  $-270$  В (10) під тиском азоту  $p_N = 0,66$  Па.

Час осадження був в 1 годину, тобто в попередній проміжок часу відбувалось азотування на глибину у  $50-60$  мкм за одну годину, а зверху наносилося наноструктурне вакуумно-дугове покриття TiZrN/NbN товщиною у  $\cong 5-7$  мкм (1 година) (рис. 9). Мікроструктури зразків криці наведено на рис. 10.

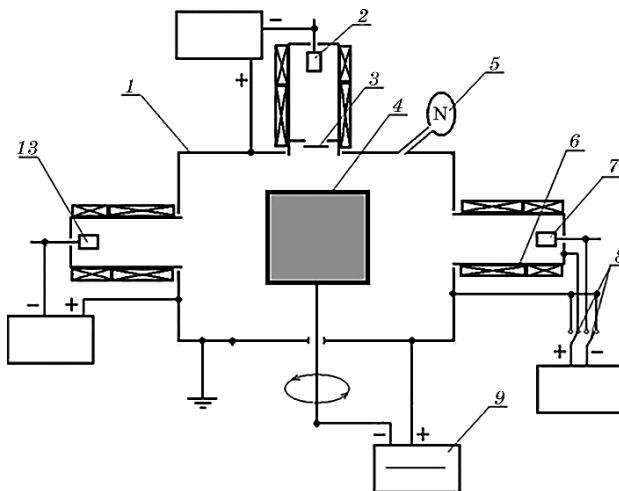
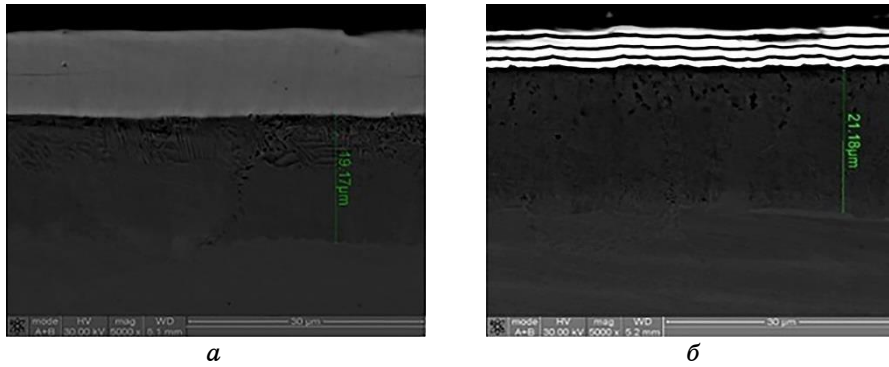
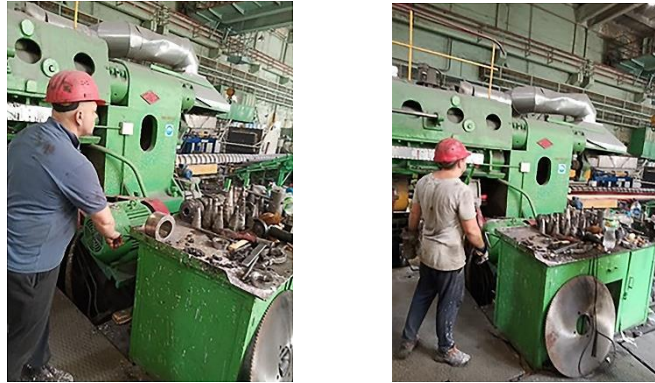


Рис. 9. Схема вакуумно-дугової установки для йонного азотування.<sup>12</sup>



**Рис. 10.** Структури експериментальних зразків штампових криць після йонного азотування та нанесення одно- (а) і багатoshарового (б) покриття за електронно-мікроскопічного дослідження.<sup>13</sup>



**Рис. 11.** Випробування трубопресового інструмента на ТОВ «ВО ОСКАР» (м. Дніпро).<sup>14</sup>

## 5. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Випробування матричних кілець після зміцнювального оброблення та нанесення покриттів виконано на трубопрофільному пресі ТОВ «ВО ОСКАР» (м. Дніпро) (рис. 11).

Найбільш надійну оцінку результатів термічного та хеміко-термічного оброблень дають металографічні дослідження, які дають відомості про товщину та будову шару сполук і дифузійного шару. Зазвичай для металографічного дослідження шліфи щавили ніталом — 2–4%-спиртовим розчином азотної кислоти. Для судження про фазовий склад шару використовували методи кольорового й електролітичного щавлення в розчині їдкого натру. Також були проведені електронно-мікроскопічні дослідження ме-

талографічних шліфів (вихідні шліфи були порізані на тонкі зразки по 5 мм), приготовлені та вивчені на растровому електронному мікроскопі (РЕМ), висока роздільна здатність (до 60 Å) і виняткова глибина різкості якого роблять його майже незамінним для металографічних досліджень. Замір твердості поверхні зразків після ХТО був виконаний за допомогою мікротвердоміра типу ПМТ-3 під навантаженням у 100 гс  $HV_{0,1}$  [14].

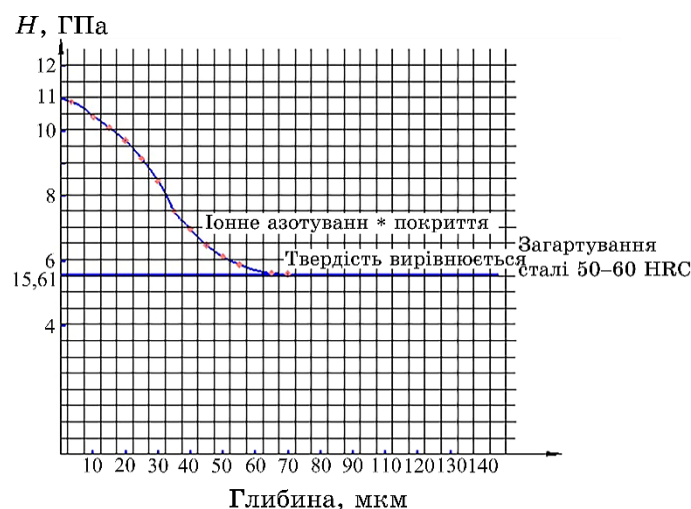
Результати заміру мікротвердості на приборі ПМТ-3 зразків криці 4Х5МФ1С після йонного азотування та нанесення покриття TiN наведено в табл. 4, а зміну твердості інструментальної криці після йонного азотування та нанесення покриття TiN в залежності від глибини визначення твердості — на рис. 12.

Як видно з графіка, проведення йонного азотування з одночасним нанесенням наноструктурних покриттів різко збільшує твердість і зносостійкість поверхневих шарів інструмента.

В роботі було проведено рентгеноструктурну аналізу досліджуваних зразків криці 4Х5МФ1С. Дифрактометричні дослідження проводилися на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-2.0 в кобальтовому  $CoK_{\alpha}$ -випромінненні із застосуванням Fe-селективно поглинального фільтра.

Дифраговане випроміннення реєструвалося сцинтиляційним детектором [17].

Для дослідження були взяті зразки криці 4Х5МФ1С зазначених розмірів після різних видів оброблення:



**Рис. 12.** Зміна твердості інструментальної криці після йонного азотування та нанесення зносостійкого покриття в залежності від глибини визначення твердості.<sup>15</sup>



**ТАБЛИЦЯ 4.** Результати заміру мікротвердості на приборі ПМТ-3 зразків сталі 4Х5МФ1С після йонного азотування та нанесення покриття TiN (значення мікротвердості на поверхні покриття — 23000–25000 МПа).<sup>22</sup>

№ зразка	Зона	Діаметер відбитка	Середній діаметер відбитка, мкм	Навантаження, Г	Значення мікротвердості, МПа	Середнє значення мікротвердості, МПа	Середнє значення мікротвердості, Кг/мм <sup>2</sup>
1	30	12	12,87	100	11200		
2	30	13	13,45	100	11400		
3	30	12	12,78	100	11600		
4	30	12	12,184	100	11340	11350	1135
5	50	13	13,024	100	10560		
6	50	14	14,872	100	10500		
7	50	14	14,332	100	10340		
8	50	14	14,64	100	10350	10350	1035
9	150	15	15,096	100	8790		
10	150	15	15,764	100	8700		
11	150	15	15,764	100	8600		
12	150	15	15,182	100	8400	8500	850
13	250	16	16,96	100	7344		
14	250	16	16,96	100	7344		
15	250	16	16,86	100	7348		
16	250	16	16,717	100	7365	7300	730
17	центр	18	18,196	100	5983		
18	центр	18	18,712	100	5664		
19	центр	19	19,176	100	5519		
20	центр	20	20,196	100	4994	5040	504

1. 4Х5МФ1С; йонне азотування; центр; 20,5×11,5×7,3 мм;
2. 4Х5МФ1С; йонне азотування; поверхня; 22×13×8 мм;
3. криця 4Х5МФ1С в початковому стані до азотування;
4. криця 4Х5МФ1С йонне азотування + покриття TiN; поверхня; 22×13×8 мм;
5. криця 4Х5МФ1С йонне азотування + покриття ZrN/TiN; поверхня; 22×13×8 мм.

Дифрактограми зразків наведено на рис. 13–16; результати розрахунків зведено в табл. 5.

№ 1. Після йонного азотування криці 4Х5МФ1С у зразку (центр, рис. 12) виявлено 2 фази: ферит  $\alpha$ -Fe і аустеніт  $\gamma$ -Fe. У порівнянні з вихідним станом (зразок № 3) після азотування в зразку з'явився аустеніт. Відомо, що Нітроген є стабілізатором аустеніту. Крім того, гранична розчинність Нітрогену в фериті  $\alpha$ -Fe становить всього 0,4 ат.%; гранична розчинність Нітрогену в аустеніті  $\gamma$ -Fe значно більше — 10,5 ат.%. Тобто виявлений аустеніт відноситься до азотованого шару (Нітроген розчинився в аустені-

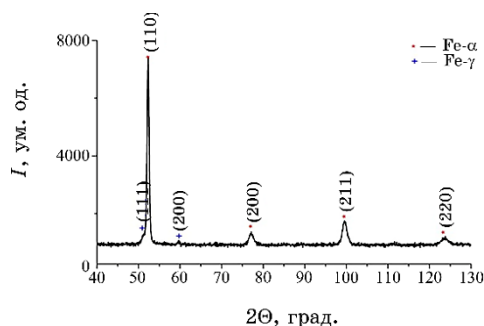


Рис. 13. Дифрактограма зразка № 1<sup>16</sup>.

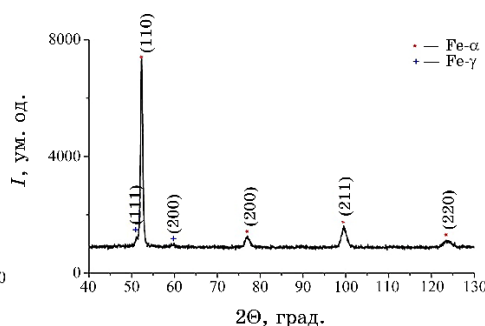


Рис. 14. Дифрактограма зразка № 2.<sup>17</sup>

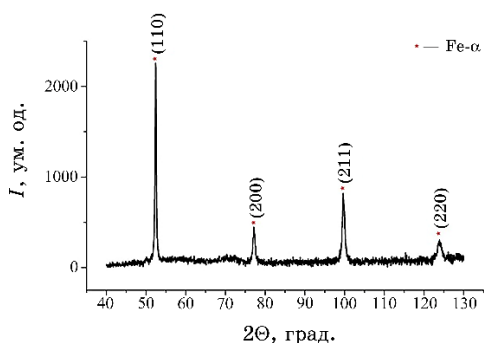


Рис. 15. Дифрактограма зразка № 3.<sup>18</sup>

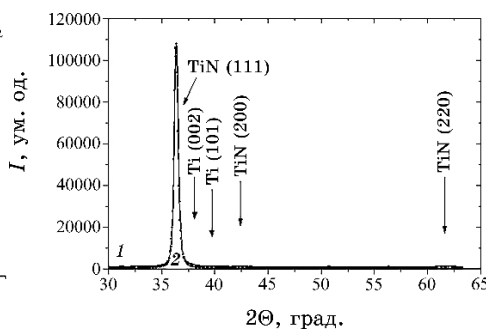


Рис. 16. Дифрактограма зразка № 4.<sup>19</sup>

ТАБЛИЦЯ 5. Фазовий склад досліджених зразків.<sup>20</sup>

№ зразка	Фаза	Вміст, ваг. %	Параметер ґратниці $a$ , Å
1	$\alpha$ -Fe	96,4	2,868
	$\gamma$ -Fe	3,6	3,595
2	$\alpha$ -Fe	97,6	2,868
	$\gamma$ -Fe	2,4	3,595
3	$\alpha$ -Fe	100	2,869

тній ґратниці без утворення нітридів). Параметер ґратниці аустеніту становить  $a = 3,595$  Å. Параметер ґратниці фериту відповідає вихідному стану (в межах похибки мірювання).

№ 2. Після йонного азотування криці 4Х5МФ1С в зразку (поверхня, рис. 13) також виявлено 2 фази: ферит  $\alpha$ -Fe і аустеніт  $\gamma$ -Fe. Параметер ґратниці аустеніту становить  $a = 3,595$  Å. Параметер ґратниці фериту дорівнює  $a = 2,868$  Å. У порівнянні з центральною частиною (зразок № 1) в досліджуваному об'ємі цього зразка міститься трохи менше аустеніту (2,4 ваг. %).

№ 3. Зразок криці 4Х5МФ1С в початковому стані є однофазним (рис. 14), складається з фериту  $\alpha$ -Fe з параметром ґратниці  $a = 2,869$  Å.

Дифрактограму зразка після нанесення покриття TiN показано на рис. 16. У випадку збільшення потенціалу підкладинки ( $U_s$ ) до  $-230$  В тенденція щодо утворення двофазного покриття (фази TiN і  $\alpha$ -Ti) зберігається (рис. 15). Зі збільшенням  $U_s$  розмір кристалітів зменшується, складаючи за  $U_s = -230$  В величину 24–25 нм і 15 нм для TiN- і  $\alpha$ -Ti-фаз відповідно. Рентгеноструктурні спектри багаточарових ZrN/TiN покриттів показано на рис. 17.

## 6. ВИСНОВКИ

1. У зв'язку з низькою стійкістю трубного інструмента (інструмента для гарячого пресування корозійностійких труб) виникла потреба в удосконаленні зміцнювальних технологій трубного інструмента, оптимізації режимів таких технологій, розробці нових методів зміцнення з використанням нових матеріалів, покриттів і нанотехнологій.

2. Проведення комбінованого оброблення матричних кілець, яка включає азотування з наступним осадженням керамічних покриттів в єдиному технологічному процесі з використанням ДВДР у вакуумно-дугових установках типу «Булат» (ННЦ «ХФТІ») значно підвищує стійкість інструмента внаслідок високих показників поверхневої твердості. Якщо стійкість матричних кілець з криці 5ХЗВЗМФС (ДИ-23) після звичайного термозміцнення

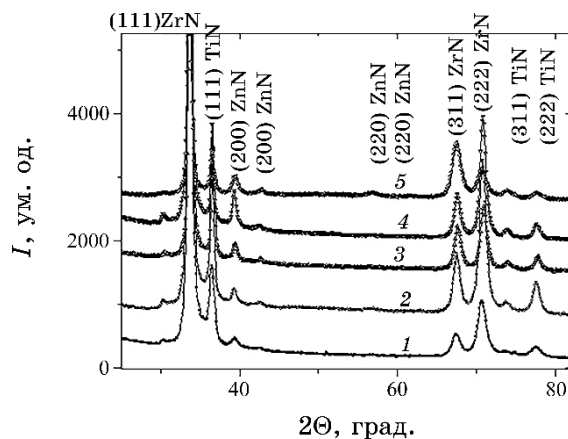


Рис. 17. Рентгеноструктурні спектри багатошарових покриттів ZrN/TiN.<sup>21</sup>

складає 4–6 пресувань, то кільця з більш економнолегованої безвольфрамової криці 4X5MФ1С, додатково піддані хеміко-термічному обробленню (йонному азотуванню в плазмі ДВДР) і подальшим нанесенням нанопокриттів показали стійкість у 12–13 пресувань внаслідок більш високої твердості, теплостійкості, утворення особливої структури на поверхні.

3. Проведення хеміко-термічного оброблення після загартування з відпуском інструментальної криці 4X5MФ1С (йонного азотування в плазмі ДВДР), а також нанесення зносостійких нанопокриттів TiN, TiZrN, NbN, TiZrN/NbN, TiN/CrN на робочі поверхні інструмента значно (на 30–40%) підвищує експлуатаційні властивості інструмента та термін його експлуатації, а також якість його поверхні, що значно підвищує якість внутрішньої поверхні корозійностійких труб.

## ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. В. Р. Каргин, Б. В. Каргин, *Теория и технология прессования, прокатки и волочения* (Самара: СГАУ: 2014).
2. В. З. Куцова, *Леговані сталі та сплави з особливими властивостями* (Дніпропетровськ: НМетАУ: 2008).
3. В. Н. Шерба, Л. Х. Райтбарг, *Технология прессования металлов* (Москва: Металлургия: 1995).
4. Ф. В. Мохорт, *Термічна обробка металів* (Київ: Либідь: 2002).
5. Е. Я. Лезинская, К. М. Бильдин и др., *Сборник лекций по технологии производства нержавеющей труб* (Никополь: Сентравис: 2019).
6. В. И. Большаков, И. Е. Долженков, А. В. Зайцев, *Оборудование термических цехов, технологии термической и комбинированной обработки металлопродукции* (Днепропетровск: РИА Днепр-VAL: 2010).

7. Ю. М. Таран, Є. П. Калінушкін, В. З. Куцова та ін. *Металознавство і термічна обробка металів і сплавів із застосуванням комп'ютерних технологій навчання: Підручник* (Дніпропетровськ: Дніпрокнига: 2002), ч. 2.
8. В. А. Александров, К. В. Богданов, *Упрочняющие технологии и покрытия*, 5: 14 (2005).
9. А. А. Андреев, С. Н. Григорьев, *Станки и инструмент*, 2: 19 (2006).
10. А. А. Андреев, Л. П. Саблев, В. М. Шулаев, С. Н. Григорьев, *Вакуумно-дуговые устройства и покрытия* (Харьков: ННЦ «ХФТИ»: 2005).
11. И. И. Аксёнов, А. А. Андреев, В. Г. Брень и др., *Украинский физический журнал*, 24, № 4: 515 (1979).
12. С. А. Герасимов, А. В. Жихарев, Е. В. Березина и др., *Металловедение и термическая обработка металлов*, 1: 13 (2004).
13. Ю. М. Лахтин, Б. Н. Арзамасов, *Химико-термическая обработка металлов* (Москва: Металлургия: 1985).
14. Ю. М. Лахтин, *Металловедение и термическая обработка металлов*, 7: 14 (1995).
15. Н. С. Ломино, В. Д. Овчаренко, Г. Н. Полякова, А. А. Андреев, В. М. Шулаев, *Сб. докл. 3-й Межд. конф. «Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов»* (Харьков: ННЦ «ХФТИ»: 2002).
16. В. А. Александров, *Упрочняющие технологии и покрытия*, 5: 14 (2005).
17. В. А. Лиопо, В. В. Война, *Рентгеновская дифрактометрия: Учебное пособие* (Гродно: ГрГУ им. Я. Купалы: 2003).

## REFERENCES

1. V. R. Kargin and B. V. Kargin, *Theory and Technology of Pressing, Rolling and Drawing* (Samara: SSAU: 2014) (in Russian).
2. V. Z. Kutsova, *Legovani Stali ta Splavy z Osoblyvymy Vlastyvostyamy* (Dnipropetrovsk: NMetAU: 2008) (in Ukrainian).
3. V. N. Sherba and L. Kh. Reitbarg, *Metal Pressing Technology* (Moscow: Metallurgiya: 1995) (in Russian).
4. A. V. Mokhort, *Thermal Processing of Metals* (Kyiv: Lybid': 2002) (in Ukrainian).
5. E. Ya. Lezinskaya, K. M. Bil'din et al., *Collection of Lectures on the Technology of Production of Stainless Pipes* (Nikopol: Sentravis: 2019) (in Russian).
6. V. I. Bolshakov, I. E. Dolzhenkov, and A. V. Zaitsev, *Equipment for Thermal Shops, Technologies for Thermal and Combined Processing of Metal Products* (Dnepropetrovsk: RIA Dnepr-VAL: 2010) (in Russian).
7. Yu. M. Taran, E. P. Kalinushkin, V. Z. Kutsova et al., *Metals Science and Thermal Processing of Metals and Alloys from the Study of Computer Technologies: Handbook* (Dnipropetrovsk: Dniroknyga: 2002), Pt. 2 (in Ukrainian).
8. V. A. Aleksandrov and K. V. Bogdanov, *Hardening Technologies and Coatings*, 5: 14 (2005) (in Russian).
9. A. A. Andreev and S. N. Grigoriev, *Machine Tools and Tools*, 2: 19 (2006) (in Russian).
10. A. A. Andreev, L. P. Sablev, V. M. Shulaev, and S. N. Grigoriev, *Vacuum-Arc Devices and Coatings* (Kharkiv: NSC 'KhIPT': 2005) (in Russian).
11. I. I. Aksyonov, A. A. Andreev, V. G. Bren et al., *Ukrainian Journal of*

- Physics*, **24**, No. 4: 515 (1979) (in Russian).
12. S. A. Gerasimov, A. V. Zhikharev, E. V. Berezina et al., *Metals Science and Heat Treatment of Metals*, **1**: 13 (2004) (in Russian).
  13. Yu. M. Lakhtin and B. N. Arzamasov, *Chemical–Thermal Treatment of Metals* (Moscow: Metallurgy: 1985) (in Russian).
  14. Yu. M. Lakhtin, *Metals Science and Heat Treatment of Metals*, **7**: 14 (1995) (in Russian).
  15. N. S. Lomino, V. D. Ovcharenko, G. N. Polyakova, A. A. Andreev, and V. M. Shulaev, *Collected Reports 3<sup>rd</sup> Int. Conf. ‘Equipment and Technologies for Heat Treatment of Metals and Alloys’* (Kharkov: NSC ‘KhIPT’: 2002) (in Russian).
  16. V. A. Aleksandrov, *Hardening Technologies and Coatings*, **5**: 14 (2005) (in Russian).
  17. V. A. Liopo and V. V. War, *X-Ray Diffractometry: Textbook* (Grodno: GrGU named after Ya. Kupala: 2003) (in Russian).

<sup>1</sup>*Ukrainian State University of Science and Technology,  
4, Gagarin Ave.,  
UA-49600 Dnipro, Ukraine*

<sup>2</sup>*Institute of Solid State Physics, Materials Science and Technologies,  
National Science Centre ‘Kharkiv Institute of Physics and Technology’, N.A.S. of Ukraine,  
1, Akademichna Str.,  
UA-61108 Kharkiv, Ukraine*

<sup>3</sup>*Separate Structural Unit ‘Nikopol Professional College  
of the Ukrainian State University of Science and Technology’,  
Trubnykiv Ave., 18,  
UA-53210 Nikopol, Ukraine*

<sup>1</sup> **TABLE 1.** Stability of the press tool.

<sup>2</sup> **Fig. 1.** Scheme of pipe pressing.

<sup>3</sup> **Fig. 2.** Defects of matrix rings.

<sup>4</sup> **Fig. 3.** Microstructure of steel X40CrMoV5-1-1 after hardening from 1070°C and tempered at 550–570°C (1 tempering), 530–550°C (2 tempering) (troostite of tempering),  $\times 500$ .

<sup>5</sup> **Fig. 4.** Graph of heat treatment of matrix ring made of steel 4H5MF1S using the ion nitriding.

<sup>6</sup> **Fig. 5.** Microstructure of nitrided steel layer X40CrMoV5-1-1 after nitriding,  $\times 400$ .

<sup>7</sup> **Fig. 6.** Graph of the dependence of hardness (1) and modulus of elasticity (2) on the number of layers in the coatings ZrN/TiN deposited at –200 V.

<sup>8</sup> **TABLE 2.** Chemical composition of steel X40CrMoV5-1-1, wt.% (GOST 5950-73).

<sup>9</sup> **TABLE 3.** Chemical composition of steel 30WCrV17-2, wt.% (GOST 5950-73).

<sup>10</sup> **Fig. 7.** Plasma Technology Laboratory of NSC ‘KhIPT’.

<sup>11</sup> **Fig. 8.** Scheme of vacuum-arc installation for the ion nitriding.

<sup>12</sup> **Fig. 9.** Scheme of vacuum-arc installation for the ion nitriding.

<sup>13</sup> **Fig. 10.** Structures of experimental samples of stamped steels after ion nitriding and application of single- (a) and multilayer (b) coating in electron-microscopy study.

<sup>14</sup> **Fig. 11.** Testing of pipe press tool at the ‘OSKAR LLC’ (Dnipro).

<sup>15</sup> **Fig. 12.** Change in the hardness of tool steel after ion nitriding and wear-resistant coating depending on the depth of hardness determination.

<sup>16</sup> **Fig. 13.** Diffractogram of sample No. 1.

<sup>17</sup> **Fig. 14.** Diffractogram of sample No. 2.

<sup>18</sup> **Fig. 15.** Diffractogram of sample No. 3.

<sup>19</sup> **Fig. 16.** Diffractogram of sample No. 4.

<sup>20</sup> **TABLE 5.** Phase composition of the studied samples.

<sup>21</sup> **Fig. 17.** X-ray diffraction spectra of multilayer ZrN/TiN coatings.

<sup>22</sup> **TABLE 4.** The results of measurement (on the device PMT-3) of the microhardness of steel samples X40CrMoV5-1-1 after ionic nitriding and coating TiN (microhardness values on the coating surface are of 23000–25000 MPa).