

УДК 621.78.07

DOI:10.30987/2223-4608-2020-5-9-14

А.В. Сивенков, к.т.н.,
А.В. Михайлов, аспирант,
Н.А. Сердюк, аспирант,
Е.И. Пряхин, д.т.н.

(Санкт-Петербургский горный университет,
199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия, д.2.)
E-mail: sivenkov@mail.ru; e.p.mazernbc@yandex.ru

Разработка экспериментальной установки поверхностного легирования из среды легкоплавких металлических расплавов

Представлены результаты разработки экспериментальной установки для осуществления поверхностного легирования из среды легкоплавких металлических расплавов «открытым методом». В качестве исходного оборудования использована шахтная печь сопротивления лабораторного исполнения СШОЛ-10/11. Приведены результаты апробации и испытаний разработанной экспериментальной установки.

Ключевые слова: химико-термическая обработка; поверхностное легирование; диффузионная металлизация; диффузия; жидкометаллический расплав; экспериментальная установка.

A.V. Sivenkov, Can. Sc. Tech.,
A.V. Michailov, Post graduate student,
N.A. Serdyuk, Post graduate student,
E.I. Pryakhin, Dr. Sc. Tech.

(Saint-Petersburg Mining University, 2, 21 Line, Vasilievsky Island, Saint-Petersburg, 199106)

Development of experimental plant for surface alloying from environment of low-melting metal melts

There are presented development results of an experimental plant for surface alloying from the environment of low-melting metal melts by an "open method". As initial equipment there is used a shaft furnace of resistance in laboratory SShOL-10/11 version. The results of appraisal and tests of the developed experimental plant are shown.

Keywords: chemical-thermal treatment; surface alloying; diffusion metallization; diffusion; liquid metal melt; experimental plant.

Введение

Активное развитие машиностроения, химической и нефтехимической промышленности в значительной степени повышает требования к эксплуатационным характеристикам металлоизделий. Традиционные методы химико-термической обработки зачастую не в состоянии обеспечить необходимые свойства. Таким образом, основной задачей современного материаловедения в машиностроении становится разработка новых ресурсосберегающих методов модификации поверхностей металлических изделий, с дальнейшей оптимизацией этих методов и внедрением в реальные произ-

водственные мощности.

В данном вопросе наиболее перспективными принято считать методы химико-термической обработки изделий. Комбинирование свойств материала основы и модифицированного поверхностного слоя позволяет получать изделия с совершенно новыми свойствами, что, в свою очередь, способно расширить или унифицировать сферу применения подобных изделий.

Среди широкого спектра методов химико-термической обработки стоит выделить технологию поверхностного легирования стальных изделий из жидкометаллической среды, позволяющую влиять на свойства поверхно-

стных слоев в широком интервале и обеспечить работоспособность в условиях повышенных механических нагрузок, влияния агрессивных сред и высоких температур.

Существующая технология предполагает осуществление процесса в среде защитных газовых атмосфер. Данная работа преследовала цель осуществления перехода к «открытому методу», вместо использования дорогостоящего вакуумного оборудования для создания инертной атмосферы и возможностью заполнения камеры газом, обеспечивающим защиту обрабатываемых изделий от окисления и парения транспортного расплава.

Анализ существующего оборудования аналогичного назначения

Метод поверхностной металлизации из жидкометаллической среды основан на явлении направленного изотермического переноса тугоплавких элементов (диффузانتов), растворенных в жидкометаллической среде, их взаимном проникновении в поверхностные слои обрабатываемого металла с образованием нового слоя требуемой толщины [1, 2].

Легкоплавкий расплав выступает в роли «поставщика» диффузанта к обрабатываемой поверхности, поэтому его называют транспортным расплавом. Транспортный расплав нейтрален по отношению к обрабатываемому изделию и диффузанту. При взаимодействии материала основы и диффузанта происходит образование твердого раствора.

Для осуществления технологического перехода к «открытому методу» был проведен глубокий анализ преимуществ и недостатков оборудования, имеющего аналогичное назначение.

В работе [3] описан ампульный метод для осуществления процесса металлизации образцов в среде легкоплавких металлов.

Данный метод предполагает размещение подготовленных к обработке стальных образцов в заполненные расплавом ампулы из армо-железа или стали 20. Ампулы герметично завариваются в атмосфере спектрально-чистого аргона. Необходимое количество диффундирующего элемента вводится в щелочной расплав в виде порошка или стружки. Полученная герметичная емкость помещается в защитный контейнер из коррозионно-стойкой стали и подвергается изотермической выдержке в печах сопротивления открытого или вакуумного исполнения при температурах 800...1200 °С. Повышение интенсивности

процесса достигается вращением или вибрацией ампулы.

Трудоёмкий процесс подготовки образцов к металлизации делает данный метод практически не применимым в возможных производственных условиях, а также исключает возможность обработки крупногабаритных изделий.

В патенте [4] описано двухкамерное устройство для поверхностной металлизации из жидкометаллической среды (рис. 1.).

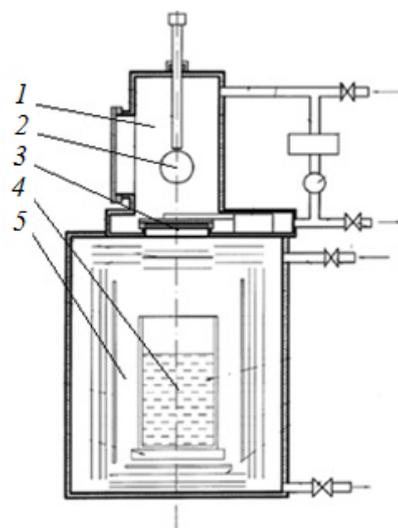


Рис. 1. Схема вакуумного устройства для диффузионной металлизации

Верхняя камера 1 предназначена для размещения обрабатываемого изделия 2 на выдвижном штоке до и после обработки. Нижняя камера 5 – электропечь сопротивления, в которой располагается резервуар с транспортным расплавом 4. Обе камеры герметичны и оборудованы автономной вакуумной системой, их соединение осуществляется через герметичный затвор 3. В верхней камере предусмотрена система циркуляции и охлаждения инертных газов.

Двухкамерная схема, использование вакуумного оборудования и системы циркуляции газов позволяет повысить качество обработки изделий, однако, делает устройство весьма дорогостоящим и сложным в обслуживании.

Более сложная конструкция представлена в патенте [5]. Устройство имеет трехкамерную конструкцию (рис. 2): шлюзовую 1, нагревательную 2 и манипуляционную 3. Последняя камера 3 оборудована роторным устройством 4, связывающим шлюзовую и нагревательную камеры.

Защита внутренних элементов установки обеспечена теплоизолирующими экранами и

водоохлаждаемыми дисками, обеспечивающими герметичность. Аналогично предыдущей конструкции присутствует вакуумный насос и система подачи инертных газов в каждую из применяемых камер. В качестве основного нагревательного оборудования устройством предусмотрено применение электропечи сопротивления, либо газопламенных печей.

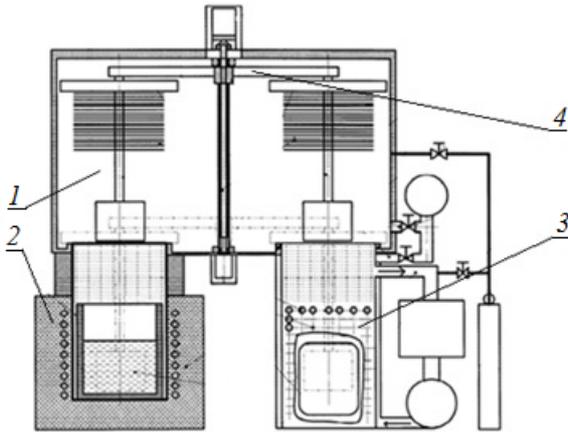


Рис. 2. Трехкамерное устройство для диффузионной металлизации

Очевидно необходимость разработки данной установки объясняется нацеленностью на серийное производство.

Унификация нагревательного оборудования, а также механизация процесса, и, как следствие, его ускорение, имеют большое преимущество по сравнению с предыдущими конструкциями. Значительными недостатками являются сложность конструкции, дальнейшее обслуживание, высокая стоимость оборудования и требуемые для технологического процесса ресурсы.

В работе [1] описывается устройство для осуществления процесса ВТДО (высокотемпературного диффузионного осаждения). Данная установка сконструирована на основе вакуумной печи СШВ-1,2,5/25-И1 с возможностью наведения защитных атмосфер и оборудована системой водяного охлаждения таких элементов как: крышка 1, шток вертикального перемещения образца 2 и корпус 3. Принципиальная схема представлена на рис. 3.

Данная конструкция послужила основой для разработки экспериментальной установки для «открытого метода», так как воплощает в себе простые и лаконичные технологические решения, обеспечивающие как простоту выполнения исследовательских работ, так и тех-

ническое обслуживание. Единственным существенным недостатком является применение систем откачки воздуха и введения инертных газов, уход от использования которых является основной задачей данной работы.

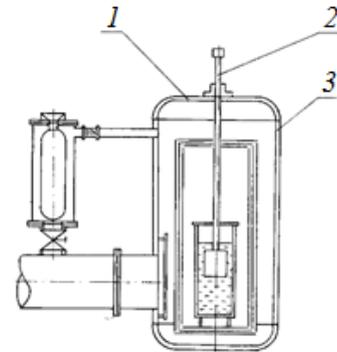


Рис. 3. Схема установки для осуществления процесса ВТДО

При выполнении технологического перехода от герметичного и вакуумного оборудования к термическому оборудованию открытого типа следует принимать во внимание следующие факторы:

- окисление обрабатываемого изделия при его введении в рабочую камеру установки;
- конденсация свинца на рабочие органы установки.

На решение данных сложностей направлена концепция использования жидкого инертного защитного слоя на поверхности транспортного расплава, удовлетворяющего технологическим требованиям.

Экспериментальная установка

После проведения анализа вышеописанного аналогичного оборудования, с учетом всех выявленных преимуществ существующего оборудования, авторами предложена уникальная экспериментальная установка с вертикальным устройством загрузки образцов для поверхностного легирования из среды легкоплавких металлических расплавов «открытым методом», защищенная патентом [6].

Принципиальная схема разработанной установки представлена на рис. 4.

Основой установки является шахтная печь 1 с нагревательным элементом 2, в камеру которой помещается защитный экран 4 и резервуар с легкоплавким металлическим расплавом 3. В верхней части располагается крышка 6 с термоустойчивым фланцем из огнеупорной ваты 7. В крышке предусмотрено устройство загрузки обрабатываемых образцов, со-

стоящее из направляющей 10 с фиксатором 8 и водоохлаждаемого штока 9 с креплением под образец 5. Настройка и контроль за температурными режимами ведется с помощью контроллера температур (OMRON E5CN) 12 и термопары (ТХА) 11. Для увеличения ресурса нагревательных элементов печи, подключение к сети переменного тока осуществляется через вариатор регулирования тока (РНО-250-5М) 13.

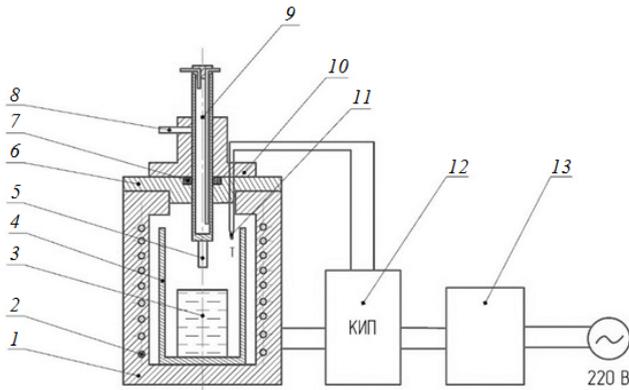


Рис. 4. Принципиальная схема экспериментальной установки для осуществления процесса поверхностного легирования из среды легкоплавких металлов

Применение штока с водным охлаждением позволяет повысить безопасность эксплуатации и исключает окисление его поверхности в условиях высоких температур.

Процесс поверхностного легирования в условиях данной конструкции осуществляется следующим образом.

На дно камеры печи в защитный экран помещается резервуар с транспортным расплавом, после чего осуществляется нагрев до заданных температур, по мере достижения которых образец, закрепленный на конце штока, погружается в транспортный расплав, где осуществляется изотермическая выдержка в течение времени, необходимого для получения металлизированного диффузионного слоя требуемой толщины. По окончании времени выдержки производится выключение нагрева, шток выдвигается, извлекая образец из транспортного расплава и нагревательной камеры [6].

Вертикальное устройство загрузки предназначено для введения специальных образцов в камеру печи, дальнейшего их погружения в транспортный расплав и осуществления процесса металлизации. Данное устройство должно выполнять следующие основные задачи: обеспечение доступа к камере и внут-

ренним элементам, для технического обслуживания и ухода; минимизация тепловых потерь.

Для выполнения этих условий, конфигурация устройства загрузки была выполнена в соответствии с геометрическими параметрами технологического отверстия шахтной печи СШОЛ-10/11.

Загрузочное устройство состоит из крышки-основы, в центре которой приварен цилиндрический фланец с отверстием для прохождения штока. Снизу к фланцу крепится плитка из жаропрочного материала для защиты металлической поверхности, контактирующей с зоной нагрева, от окисления при высоких температурах. Во внутренний объем фланца устанавливается вкладыш из жаропрочной керамической ваты с отформованным отверстием для штока.

Направляющая состоит из трубки, внутренний диаметр которой соответствует диаметру штока, приваренной перпендикулярно к круглой пластине. При монтаже пластина прижимает и уплотняет вкладыш фланца, соответственно, его плотный контакт со штоком обеспечивает достаточную изоляцию от возможных тепловых потерь.

Для фиксации штока в выбранном положении применен винт-фиксатор с головкой типа «барашек».

Вертикальное перемещение образца при загрузке и выгрузке из транспортного расплава обеспечено штоком. С целью продления его срока службы и преждевременного окисления, предусмотрено водное охлаждение. Конструктивно шток выполнен в виде полого стержня, нижняя часть которого заглушена и имеет внутреннюю резьбу для крепления образца, а в верхнюю часть вкручивается пробка с входным и выходным отверстием.

Результаты

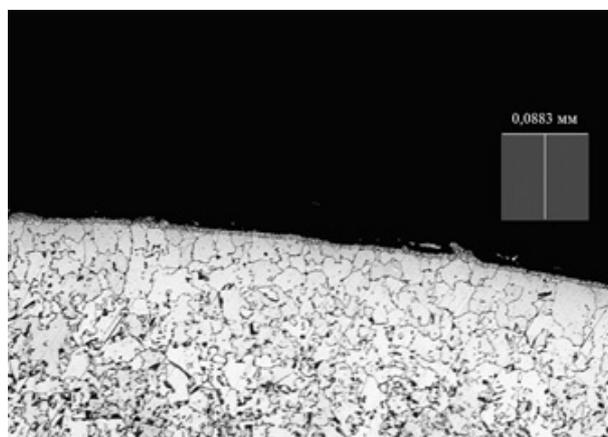
По результатам конструирования на производстве были изготовлены отдельные элементы экспериментальной установки, а именно детали вертикального загрузочного устройства, состоящего из теплоизолированной крышки с водоохлаждаемым штоком. После монтажа, описанной выше, установки были проведены ее испытания в рабочем режиме (длительная изотермическая выдержка) на двух образцах, изготовленных из стали 20, с наведением защитного стекловидного слоя на поверхность транспортного расплава. Наведение данного слоя необходимо для изоляции

транспортного расплава от окисления, а также испарения и конденсации на внутренние части термической камеры печи.

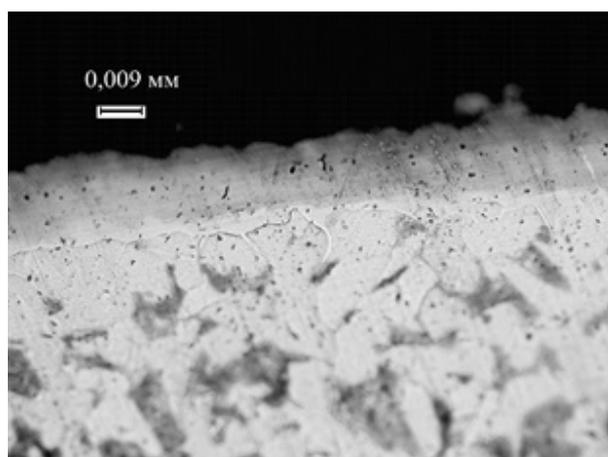
Защитный состав навелся на поверхность предварительно подготовленного транспортного расплава на основе свинца с 3 % никеля в качестве диффузанта.

Процесс поверхностного легирования никелем образцов из стали 20 проводился в течение 3-х часов при различных температурных режимах – 800 и 950 °С.

Фотографии микроструктур поперечных шлифов полученных образцов представлены на рис. 5.



а)



б)

Рис. 5. Структура образца из стали 20, поверхностно легированного Ni, при температуре 950 °С, 3 ч (а); 800 °С, 3 ч (б)

По всей окружности обоих металлографических шлифов зафиксирован слой никеля. В случае выдержки при температуре 950 °С средняя толщина составила 18 мкм, при 800 °С – 5 мкм.

Результаты испытаний подтверждают работоспособность разработанной экспериментальной установки и жизнеспособность «открытого метода» поверхностного легирования из среды легкоплавких металлических расплавов.

Выводы

Выполнен анализ существующих устройств для поверхностного легирования из среды

легкоплавких металлических расплавов «открытым методом».

На основании данного анализа разработана новая экспериментальная установка поверхностного легирования из среды легкоплавких металлических расплавов «открытым методом», защищенная патентом [6].

Испытания установки в рабочем режиме показали положительные результаты в обоих случаях, что, в свою очередь, доказывает возможность протекания процесса поверхностного легирования из жидкометаллической среды без применения защитных газовых атмосфер.

Подтвердилось, что изоляция поверхности транспортного расплава защитным слоем является весьма перспективным средством, при

испытании установки была обеспечена достаточная изоляция жидкометаллической среды от окислительных процессов.

Дальнейшие исследования предполагают разработку защитных составов с различными функциональными добавками, направленными на повышение сплошности получаемых покрытий, а также ускорение и интенсификацию диффузионных процессов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Сивенков, А.В.** Повышение коррозионной стойкости деталей машиностроения путем нанесения защитных покрытий способом высокотемпературного диффузионного осаждения из среды легкоплавких расплавов: дис. канд. техн. наук: 05.02.01/ Алескей Валентинович Сивенков; СЗТУ. – СПб, 2009. – 149 с.
2. **Чаевский, М.И., Соколов, А.Г.** Способ высокотемпературного диффузионного соединения материалов. А.с. 994171 СССР, МКИ⁵³⁰ В 23 К 1/00, В 23 К 28/00.; заявитель Краснодарский политехнический институт. №3241859/25-27; заявл. 26.01.81 ; опубл. 07.02.83, Бюл. №5. – 2 с.
3. **Шатинский, В.Ф.** Получение диффузионных покрытий в среде легкоплавких металлов. Киев: Наукова думка, 1976. - 97 с.
4. **Пат. 2293791 РФ**, МПК⁵¹ C23C 10/22, C23C 2/00, B05C 3/02; Соколов А.Г., Артемьев В.П. Устройство для диффузионной металлизации в среде легкоплавких жидкометаллических растворов; заявитель и правообладатель ГОУВПО Кубанский гос. технолог. универ. №2005127124/02; заявл. 29.08.2005; опубл. 20.02.2007. Бюл. № 5. – 7 с.
5. **Пат. 2423546 РФ**, МПК⁵¹ C23C 10/22, C23C 2/00, C23C 28/02; Соколов А.Г., Артемьев В.П., Шашерина С.А. Устройство для диффузионной металлизации в среде легкоплавких жидкометаллических растворов; заявитель и правообладатель ГОУВПО Кубанский гос. технол. универ. №2009145495/02; заявл. 08.12.2009; опубл. 10.07.2011, Бюл. № 19. – 9 с.
6. **Пат. 2711701 РФ**, МПК⁵⁷ F27B 1/10, C23C 10/18, C23C 2/08, C23C 2/10. Сивенков А.В., Михайлов А.В.,

Кончус Д.А., Пряхин Е.И. Установка для нанесения покрытий в среде легкоплавких материалов.; заявитель и правообладатель ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет». №019127996; заявл. 03.04.2019; опубл. 21.01.2020 Бюл. №3. – 8с.

REFERENCES

1. Sivenkov A.V. *Machinery Corrosion Resistance Increase through Protective Coating Application by High-temperature Diffusion Precipitation from Low-melting Melt Environment*: thesis for Can. Sc. Tech. degree: 05.02.01./ A.V. Sivenkov; SZTU. – S-Pb, 2009. – pp. 149.
2. Chaevsky M.I., Sokolov A.G. *Method for High-temperature Diffusion Joint of Materials*. A.C. 994171 the USSR, IC⁵³⁰ B 23 K 1/00, B 23K 28/00.; applicant: Krasnodar Polytechnic Institute. No.3241859/25-27; applied: 26.01.81; published: 07.02.83, Bull. No.5. – pp. 2.
3. Shatinsky, V.F. *Diffusion Coating Manufacturing in Low-melting Metal Environment*. Kiev: Scientific Thought, 1976. – pp. 97.
4. Pat. 2293791 the RF, IPC⁵¹ C23C 10/22, C23C 2/00, B05C 3/02; Sokolov A.G., Artemiev V.P. *Device for Diffusion Metallization in Low-melting Liquid-Metal Solutions*; applicant and right holder: SEIHVE Kuban State Technological University No.2005127124/02; applied: 29.08.2005; published: 20.02.2007. Bull. No.5. – pp. 7.
5. Pat. 2423546 the RF, IPC⁵¹ C23C 10/22, C23C 2/00, C23C 28/02; Sokolov A.G., Artemiev V.P., Shasherina S.A. *Device for Diffusion Metallization in Low-melting Liquid Metal Solutions*; applicant and right holder: SEIHVE Kuban State Technological University No.2009145495/02; applied: 08.12.2009; published: 10.07.2011, Bull. No.19. – pp. 9.
6. Pat. 2711701 the RF, IPC⁵⁷ F27B 1/10, C23C 10/18, C23C 2/08, C23C 2/10. Sivenkov A.V., Michailov A.V., Konchus D.A., Pryakhin E.I. *Plant for Coating Application in Low-melting Material Environment*; applicant and right holder: FSBEI HE “Saint-Petersburg Mining University”. No.019127996; applied: 03.04.2019; published: 21.01.2020 Bull. No.3. – pp. 8.

Рецензент д.т.н. А.П. Петкова

