

<https://doi.org/10.52150/2522-9117-2025-39-13>

УДК 669.017:621.73

В.О. Столбовий^{1,2,3}, д.т.н., с.н.с., ORCID 0000-0001-7734-0642**Л.М. Дейнеко**⁴, проф., д.т.н., ORCID 0000-0002-1177-3055**В.Л. Пінчук**^{5,*}, ORCID 0000-0001-8257-9252**Л.С. Кривчик**⁵, Ph D, ORCID 0000-0002-7769-3808;¹ Науково-організаційний відділ Президії НАН України² Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут»³ Харківський національний автомобільно-дорожній університет⁴ Український державний університет науки і технологій⁵ Нікопольський фаховий коледж, Український державний університет науки і технологій* Автор для листування: v.l.pinchuk@nmt.org.ua

ОСОБЛИВОСТІ ГЛИБОКОГО ІОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТУВАННЯ ІНСТРУМЕНТУ З ШТАМПОВИХ СТАЛЕЙ ДЛЯ ВИРОБНИЦТВА КОРОЗИЙНОСТІЙКИХ ТРУБ

Анотація. При виробництві корозійностійких труб використовують велику кількість різноманітного інструменту. Це матриці і матричні кільця, голки-оправки, прес-шайби, втулки, експандери, ролики, опорні планки, оправки, калібри. Умови їх роботи характеризуються значними навантаженнями, високими температурами, сильним тертям, значними питомими тисками. В більшості процесів трубний інструмент має низьку стійкість, що потребує зупинок станів і пресів, постійних переналадок обладнання, знижує ефективність процесів прокатки і пресування корозійностійких труб. При низькій стійкості інструменту знижається і якість внутрішньої поверхні труб і їх стійкість в експлуатації. Це особливо важливо в умовах складних умов експлуатації цих труб: в енергетиці, авіації, машинобудуванні, хімічній і харчовій промисловості. Тому пошук сучасних шляхів зміцнення, покращення корозійної стійкості трубного інструменту є важливим завданням сучасного матеріалознавства. Актуальність теми роботи впливає з необхідності створення високопродуктивних і стійких в експлуатації інструментів для виробництва корозійностійких труб, що зв'язане, у першу чергу, із проблемою одержання й обробки таких матеріалів, які могли б протистояти жорстким умовам роботи інструменту (високих температур, інтенсивних швидкостей ковзання і значного питомого тиску, знакозмінних навантажень, динамічних ударів). Таким чином, певний інтерес представляє удосконалення методів термічної обробки, використання сучасних видів хіміко-термічної обробки для підвищення зносостійкості і експлуатаційних характеристик інструменту.

© В.О. Столбовий, Л.М. Дейнеко, В.Л. Пінчук, Л.С. Кривчик, 2025



Це стаття відкритого доступу за ліцензією CC BY-NC-ND 4.0
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/legalcode.uk>

Метою роботи є пошук сучасних шляхів зміцнення основного трубного інструменту (трубопресового інструменту – матричних кілець, експандерів) для пресування корозійностійких труб на трубопресових установках і інструменту для холодної прокатки труб (роликів, опорних планок станів ХПТР), які використовуються при виробництві тонкостінних труб з корозійностійких сталей з використанням нових технологій іонно-плазменого азотування і сучасних методів дослідження структури сплавів, а також реальні випробування інструменту в виробничих умовах і впровадження результатів роботи на діючих трубних підприємствах України.

Ключові слова: Технологія, іонно-плазмене азотування, зміцнення, мікроструктура, мікротвердість, інструментальні сталі.

Посилання для цитування: Столбовий В. О., Дейнеко Л. М., Пінчук В. Л., Кривчик Л. С. Особливості глибокого іонно-плазменого азотування інструменту з штампових сталей для виробництва корозійностійких труб. *Фундаментальні та прикладні проблеми чорної металургії*. 2025. Вип. 39. С. 226-245. <https://doi.org/10.52150/2522-9117-2025-39-13>

Стан питання. Виробництво труб з легованих та високолегованих марок сталей охоплює майже всі галузі промисловості України. При виробництві труб з відповідальних високолегованих сталей (жаростійких, жароміцних, корозійностійких, інструментальних) методами гарячої прокатки, пресування, холодної і теплої прокатки має місце низька стійкість трубного інструменту, що пов'язане з складністю пластичної деформації цих сталей, особливою їх структурою і властивостями. Це приводить до постійних зупинок станів, пресів, зниження їх продуктивності, підвищення собівартості виготовлення труб і потребує постійної заміни інструменту [1]. Холодна і гаряча деформація труб супроводжується значним зносом, високими ударними навантаженнями, тисками, високими температурами. Пошук шляхів підвищення експлуатаційної стійкості інструменту сприяє збільшенню продуктивності обладнання, ефективності процесів обробки металів тиском і якості поверхні високолегованих труб [2].

Створення високопродуктивних і стійких в експлуатації інструментів зв'язане, у першу чергу, із проблемою одержання й обробки таких матеріалів, які могли б протистояти жорстким умовам роботи. Правильний вибір матеріалів, параметрів зміцнюючих технологій трубного інструменту визначає якість процесів прокатки і пресування труб з високолегованих марок сталей для відповідальних галузей промисловості України. Труби з високолегованих сталей, які важко деформуються, виготовляють пресуванням на трубопрофільних пресах і холодною прокаткою. А особливо тонкостінні труби прокочують на роликівих станах ХПТР. При пресуванні труб з високолегованих сталей трубопресовий інструмент (матричні кільця

складних матриць, голки-оправки, експандери) мають низьку стійкість внаслідок високого питомого тиску, концентрації напружень і температурних градієнтів. Так, стійкість матричних кілець при пресуванні корозійностійких труб складає всього 5-6 пресовок, голок-оправок – 50-70 пресовок, експандерів – до 80 пресовок. В результаті дії температурних і структурних напружень на робочих поверхнях матриць, експандерів, голок-оправок з'являються сітки розгарних тріщин, які поступово розширюються і заповнюються пресованим металом, що в подальшому призводить до руйнування матриць (рис. 1-3). В процесі холодної деформації на станах ХПТР на поверхні контакту цапф ролика з опорною планкою виникають значні питомі тиски, що приводить до викришування металу на робочій поверхні. Причина – недостатня контактна зносливість, що в свою чергу є наслідком зниженої твердості. (рис. 4).



Рисунок 1 – Тріщини матричних кілець, [1].



Рисунок 2 – Викришування цапф роликів станів ХПТР.

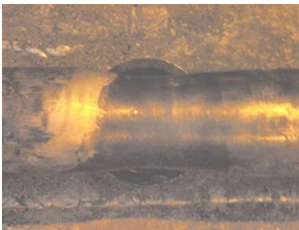


Рисунок 3 – Знос голок-оправок трубопрофільного пресу.



Рисунок 4 – Осповидний знос на робочій дорожці опорної планки.

Тому матеріал для виготовлення трубного інструменту для виробництва корозійностійких труб повинен мати високу теплостійкість; в'язкість; високу розгаростійкість; зносостійкість; жаростійкість; високу теплопровідність. Для виготовлення інструменту

для пресування і холодної прокатки найчастіше використовують інструментальні сталі мартенситного класу, леговані хромом, вольфрамом, молібденом [4]. Найчастіше використовують вториннотвердіючі сталі 4Х5МФ1С, 5Х3В3МФС (ДИ-23), 4Х4ВМФС (ДСТУ 3953-2000), які піддають термічній обробці. Але ці методи не завжди дають бажаний результат. Тому певний інтерес представляє вдосконалення і коректування технологій термічної та комбінованих обробок для підвищення зносостійкості інструменту [3].

Хіміко-термічна обробка є одним з найбільш ефективних методів підвищення довговічності і надійності інструментів. Це, в першу чергу, визначається тим, що при хіміко-термічній обробці змінюється хімічний склад, структура і властивості поверхневих шарів металу, саме тих, в яких при експлуатації концентруються максимальні напруження, зароджуються і розвиваються тріщини, відбуваються процеси зношування і корозійного розтріскування [4]. В роботі запропоноване проведення глибокого іонного азотування в вакуумно-дуговому розряді в поєднанні з загартуванням і відпуском. Завдяки використанню запропонованої технології підвищуються міцність, зносостійкість, теплостійкість, а також твердість від 8 ГПа до 11...12 ГПа. Проведено широкий комплекс досліджень структури поверхні інструменту і промислових випробувань трубопресового і трубопрокатного інструменту.

Для трубного інструменту найчастіше проводять азотування (газове, іонне в плазмі ДВДР, в плазмі тліючого розряду) [5]. Азотування широко застосовується в різних галузях промисловості для підвищення довговічності та надійності деталей і інструментів. В даний час на підприємствах використовують в основному як газове азотування, так і нову прогресивну технологію – іонно-плазмене (вакуумно-дугове) азотування. При такому азотуванні дифузійне насичення поверхні виробів азотом відбувається з використанням низькотемпературної плазми [6].

Азотування застосовують для підвищення твердості, зносостійкості (твердість насиченого шару металу азотом вища, ніж у цементованої або загартованої, при цьому ще виникають додаткові напруження стиснення в металі 600-800 МПа). А тонкий шар ϵ -фази добре захищає вироби від корозії у вологому та інших середовищах [7].

Вакуумно-дуговий розряд використовується в промислових технологіях модифікування поверхні для отримання унікальних характеристик поверхні і нанесення покриттів. В потоках плазми також містяться краплі розплавленого матеріалу катода [8-9].

Катодні плями, в яких щільність струму складає 106 А/см² при температурі до 5000 °С, є джерелом плазми з матеріалу катода зі 100%

ступенем іонізації. Це дозволяє за допомогою магнітного поля керувати напрямком і щільністю вказаних струменів [10-12]. При напуску в вакуумну камеру газів (азоту, кисню, сірководню, газів, що містять вуглець та ін.) на підложці синтезуються плівки, що складаються із з'єднань цих газів з матеріалами, які випаровуються. Регулюючи енергію іонів зміною негативного потенціалу на підложці, можна контролювати властивості поверхневого шару і покриттів, забезпечуючи необхідні фізико-механічні, антикорозійні та інші характеристики [13-14].

Мета роботи: проведення досліджень і випробувань трубного інструменту для виробництва відповідальних труб з високолегованих сталей після проведення зміцнюючої хіміко-термічної обробки за запропонованою схемою - глибоке азотування в поєднанні з наступними загартуванням і відпусками для отримання високої експлуатаційної стійкості інструменту.

Матеріали та методики: металографічний аналіз кілець і зразків з використанням мікроскопів NEOPHOT-32, MIM-8, Axiovert 200 MAT; метод електронної мікроскопії з застосуванням електронного мікроскопа EM6G (прискорювальна напруга 100кВ) і растрового електронного мікроскопу РЕМ-106И; твердість вимірювали на приладах Віккерса (при навантаженні 10 Н) і ПМТ-3М (для вимірювання твердості мікрооб'ємів з різною структурою на металографічних шліфах). Було проведено рентгеноструктурний аналіз досліджуваних зразків сталі 4Х5МФ1С для визначення типу кристалічних ґраток включень та їх параметрів. Дифрактометричні дослідження проводилися на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-2.0 в кобальтовому Со-Ка випромінюванні із застосуванням Fe-селективного поглинаючого фільтра [15].

Джерелом плазми при проведенні іонно-плазменого азотування є двоступінчастий вакуумно-дуговий розряд (ДВДР)[16]. Він є дуговим розрядом з холодним катодом, у якому позитивний стовп дуги розділений на дві частини, перша з яких являє собою газо-металева плазма, а друга плазму технологічного газу. Існують різні схеми формування цього розряду, завдання яких полягає в тому, щоб тим чи іншим чином не допустити влучення випарених частинок металу в робочий об'єм камери, пропускаючи при цьому іонізовану газову плазму.

Інакше, можна сказати, що газовий ступінь ДВДР є дуговим розрядом із плазмовим катодом, роль якого виконує газо-металева плазма вакуумно-дугового розряду з холодним катодом. Оскільки емісійна здатність газо-металевої плазми велика, величина струму в газовому ступені може досягати сотень ампер і, таким чином, забезпечувати плазмову обробку (нагрів, очищення, іонне або

електронне бомбардування, хіміко-термічну обробку тощо) виробів у великих промислових обсягах, у тому числі, виробів з діелектричних матеріалів. Істотною перевагою цього розряду є можливість його роботи в різних технологічних середовищах (кисні, азоті, водні та ін) в діапазоні тисків 0,01 - 10 Па [17].

Після проведення азотування азотований шар на поверхні складається з нітридної зони Fe_{2-3}N (ϵ -фаза) і Fe_4N (γ' -фаза) і підшарку азотистого фериту (α -фаза), в якому при охолодженні виділяються нітриди хрому, молібдену, алюмінія (рис. 5).

Процес азотування реалізується при температурах 450-600 °С і тому не може бути використаний як фінішна обробка для сталевих деталей, які пройшли попередню термічну обробку по режиму загартування+низький відпуск (через знеміцнення деталей при більш високій температурі азотування) [19]. Тому у практиці реалізацій технологій ХТО було запропоновано змінити послідовність операцій зміцнення матриці та азотування (в Україні це реалізовано вченими із ННЦ «ХФТ», Пат. України № 117008) – тобто, першою операцією йде азотування, а в якості фінішної обробки проводять загартування з відпуском (використовують необхідну для цієї деталі температуру відпуску). Для цього виріб зі сталі з припуском на розміри для подальшої чистової механічної обробки азотують вакуумно-дуговим способом [20] з отриманням насиченого шару, потім нагрівають в печі за звичайною технологією до температури загартування, загартовують (використовуючи різні охолоджувальні середовища) і піддають відпуску.

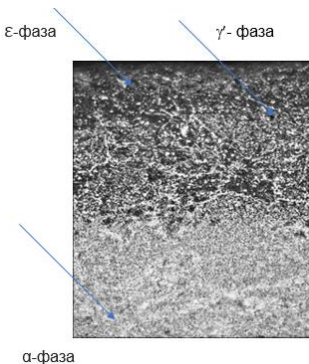


Рисунок 9 – Мікроструктура зміцненого шару сталі 4Х5МФ1С після іонного азотування, х 200 [18].

Після цього видаляють припуск на поверхні деталі разом з дефектним окисленням шаром (окалиною) і отримують чистові розміри виробу. На обробленій поверхні забезпечується присутність азотованого шару, що містить γ' -фазу і твердий розчин азоту в залізі з твердістю вище стандартної для даної марки сталі і товщиною в

кілька сот мікрометрів [21].

Слід зазначити, що у відомих способах хіміко-термічної обробки сталевих виробів, коли азотування проводять після загартування і відпускання, традиційно потрібний великий час для азотування. Крім того, механічна обробка виробів проводиться двічі. Перша – після загартування і відпускання, друга – після азотування.

Азотування в плазмі двоступеневого дугового розряду має ряд переваг. Одна з важливих переваг полягає в тому, що процес відбувається при тисках азоту 0,01–0,1 Па, тобто при значеннях азотного потенціалу значно нижче порогового. При цьому ймовірність утворення нітридних фаз значно знижується. Дослідження показали, що відмінною рисою мікроструктури азотованого шару після іонно-плазменого азотування є наявність дисперсної дуже міцної ϵ -фази. Завдяки наявності в шарі цієї фази поверхнева твердість азотуємих деталей вище майже на HV 160–180 у порівнянні з процесом газового азотування. До того ж після газового азотування деталі визнають великі деформації, а іонне азотування знижує деформації інструменту настільки, що фінішна шліфівка виключається. На обробленій таким чином поверхні забезпечується присутність азотованого шару з твердістю 9 ГПа, тобто вище звичайної для загартованої і відпущеної даної марки сталі 7 ГПа (традиційна технологія обробки). Товщина азотованого шару може становити від 1,5 до 2 мм [22].

В даній роботі інструмент з штампової сталі піддається за новим технічним рішенням глибокому азотуванню у вакуумно-дуговому газовому розряді, загартуванню та відпусканню. Інструмент з температури азотування нагрівається до температури 900–950°C, витримується і подальше нагрівається до температури загартування 1050–1070°C, підстужується на повітрі до температури 900°C і загартовується в маслі або полімерному середовищі, а перший відпуск проводять при температурі не вище 240–250°C з витримкою ≥ 1 години з подальшим нагрівом до температури другого відпуску не вище 350–380°C з витримкою ≥ 1 години, а фінішний відпуск проводять при температурі не вище 580°C.

Використання багаторазового відпуску після загартування дає наступні результати:

- перший відпуск проводять при температурах не вище 240–250 °C - при загартуванні легованих інструментальних сталей (для попередження розтріскування інтенсивне охолодження металу часто припиняють при температурах не нижче ~ 150 – 170°C) в металі остається до 28–30% аустеніту залишкового, який стійкий до перетворення при наступних відпусках. Тому доцільно перший відпуск робити в інтервалі температур виділення з мартенситу і аустеніту залишкового вуглецю

(дестабілізація аустеніту), який утворює велику кількість часток нестабільного карбіду (типу ε -карбид, $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$), які рівномірно розміщені у металі (тобто як на границях, так і в тілі зерен). Відомо також, що якщо в металі одночасно з вуглецем є присутнім і азот, то процес старіння протікає набагато швидше, тому що коефіцієнт дифузії азоту при низьких температурах значно вище (ніж вуглецю) й частки Fe_{16}N_2 , що випадають, є зародками для утворення карбідів. Такий відпуск також зменшує і рівень напружень в металі;

- другий відпуск проводять при температурах не вище 350-380 °С. Відомо, що при розпаді мартенситу при температурах відпуску вище $\sim 250^\circ\text{C}$ (для вуглецевих сталей частки нестабільного карбіду розчиняються або при температурах $\geq 250^\circ\text{C}$ проходить перетворення і виділення часток цементиту). В легованих сталях при більш високих температурах відпуску утворюються частки цементиту або легованого цементиту), які рівномірно розміщені у металі (тобто як на границях, так і в тілі зерен). Відпуск також зменшує і рівень напружень в металі;

- третій відпуск проводять при температурі не вище 580°C – відомо, що в легованих сталях температура виділення спеціальних карбідів починається при температурах $\geq 480-490^\circ\text{C}$ (вторинне твердіння), тому доцільно створити умови для процесів структуроутворення при яких в металі виникне велика кількість часток спеціальних карбідів, рівномірно розташованих по об'єму металу і які не зможуть суттєво збільшитися при цьому відпуску у розмірах за рахунок використання раціональної температури відпуску для кожного хімічного складу інструментальної сталі, яка конкретно використана при виготовленні виробів.

Таким чином пропонується технологічна схема ХТО дозволяє після загартування проводити доцільну кількість відпусків в температурних інтервалах, які забезпечують необхідний комплекс властивостей виробам.

Інструмент встановлюють в камері з обладнанням для вакуумно-дугового газового розряду установки "Булат-6", відкачують до тиску 0,003 Па, напускають азот до тиску 0,3 Па, включають дуговий газовий розряд при струмі 100 А і, регулюючи позитивний потенціал на виробі в межах від 100 до 150 В, підтримують температуру 650 °С протягом однієї години. (рис. 10, 11). Потім розряд відключають, камеру розгерметизовують. Після цього азотований інструмент поміщають в шахтну піч, поступово нагрівають за технологією попереднього нагріву до $\approx 900-9500^\circ\text{C}$, витримують, а подальший нагрів здійснюють в розплавлених солях до температури загартування $\approx 1050-1070^\circ\text{C}$, витримують, здійснюють охолодження в полімерному середовищі і піддають відпусканню, при цьому перший відпуск здійснюють при

темпера-турі не вище 240-2500°C, другий відпуск при температурі не вище 350-380°C, а фінішний відпуск здійснюють при температурі не вище 5800°C. Після цього проводять механічну обробку виробів, тобто видаляють припуск разом з дефектним окисленим шаром (окалиною) і отримують чистові розміри інструменту. При цьому усуваються також відхилення від геометричних розмірів (повідки або жолоблення), які зазвичай мають місце при термічній обробці виробів складної форми.

Було проведено рентгеноструктурний аналіз досліджуваних зразків сталі 4X5MФ1С для визначення типу кристалічних ґраток включень та їх параметрів. Дифрактометричні дослідження проводилися на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-2.0 в кобальтовому Co-K α випромінюванні із застосуванням Fe - селективно поглинаючого фільтра. Дифраговане випромінювання реєструвалося сцинтиляційним детектором.

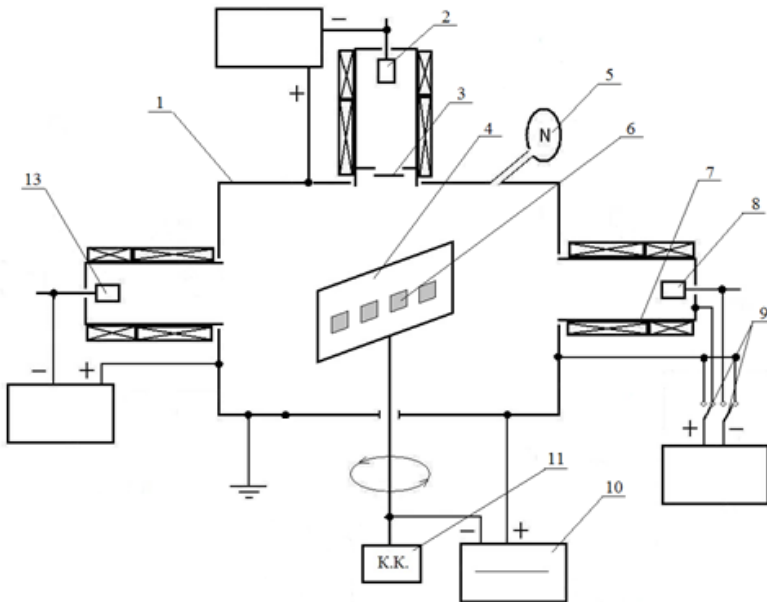


Рисунок 10 – Принципова схема вакуумно-дугової установки типу «БУЛАТ-6»: 1 – вакуумна камера, 2 – вакуумно-дуговий випарник; 3 – металевий екран, 4 – екран тримач зразків, 5 – регулятор тиску азоту, 6 – зразки, 7 – корпус вакуумно-дугового випарника – анод для газового розряду, 8 – катод Nb, 9 – реле перемикавання, 10 – джерело постійної напруги, 11 – командоконтролер, 13 – катод TiZr.



Рисунок 11 – Вакуумно-дуговий випаровувач установок серій «Булат-6».

Якісний фазовий аналіз (ідентифікація фаз у зразках) проводився за допомогою міжнародної бази даних кристалографічних сполук ICDD PDF-2. [186]. Кількісний фазовий аналіз (масовий вміст фаз, %wt), проводили із застосуванням методу Рітвельда (програмне забезпечення MAUD). Визначення періоду кристалічної решітки проводили методом найменших квадратів з двома невідомими для дифракційних максимумів, розташованих на великих кутах, тобто використовувались лінії з великими значеннями кристалографічних індексів. Так, наприклад, для фази Fe- α відбиття від площин (220), для фази Fe- γ (200) [1].

Матеріали та методика досліджень

В роботі 3(три) кільця з сталі 5X3B3MFC діаметром 73,5 мм і 71,5 мм., 2 (два) кільця з сталі 4X5MФ1С діаметром 73,5 мм, експандери трубопресової установки зусиллям 16 МН у кількості 3 (трих) штук зі сталі 4X4BMFC діаметром 120 мм і довжиною 195 мм були піддані іонному азотуванню в плазмі двоступеневого дугового розряду в модифікованій установці «Булат-6» в лабораторії плазмотехнологій Інституту фізики твердого тіла ННЦ ХФТІ, м. Харків (рис. 12).

Інструмент був встановлений в модернізовану вакуумно-дугову установку типу «Булат-6». Вакуумну камеру 1 відкачували до тиску $P=1,3 \cdot 10^{-3}$ Па. Іонне очищення з активацією поверхні підкладок проводилася прискореними іонами азоту в газовій плазмі дугового розряду при тиску азоту 0,66 Па. Для створення газового розряду в робочому об'ємі камери вмикається випарник 2 і при цьому створюється газо-металева плазма, яка через екран (3) буде емітером електронів для газового розряду в об'ємі робочої камери (1) (рис. 11).



Рисунок 12 – Установка для проведення досліджень.

При подачі на корпус вакуумно-дугового випарника 6 позитивного потенціалу перемикачем 8 від джерела живлення дуги в присутності азоту при тиску $0,05 \div 0,5$ Па в робочому об'ємі камери виникає газовий дуговий розряд. При подачі на підкладку (4), а отже, і на деталі високого негативного потенціалу $-1000 \div 1300$ В відбувається її розігрів за рахунок бомбардування іонами азоту до температури $480 \div 540^\circ\text{C}$, що забезпечує процеси азотування на поверхні зразків. Температура підкладок надалі підтримується зміною величини негативного постійного потенціалу 9. Тривалість процесу азотування залежить від необхідної товщини шару і температури підложки, в даному випадку час азотування – 1 година [1].

Після цього азотований інструмент поміщують в шахтну піч, нагрівають за технологією попереднього нагріву до $\approx 900-950^\circ\text{C}$, витримують, а подальший нагрів здійснюють в розплавлених солях до температури загартування $\approx 1050-1070^\circ\text{C}$, витримують, здійснюють охолодження в водному полімерному середовищі і піддають відпуску, при цьому перший відпуск здійснюють при температурі не вище $240-250^\circ\text{C}$, другий відпуск при температурі не вище $350-380^\circ\text{C}$, а фінішний відпуск здійснюють при температурі не вище 580°C . Після цього проводять механічну обробку виробів, тобто видаляють припуск разом з дефектним окисленням шаром (окаліною) і отримують чистові розміри інструменту.

Результати

Результати заміру мікротвердості зразків сталі 4X5MФ1С після іонно-плазменого азотування наведені в таблиці 1.

Графіки зміни твердості по глибині для сталі 4X5MФ1С наведений на рис. 13.

Таблиця 1 – Результати заміру мікротвердості зразків сталі 4Х5МФ1С після іонно-плазменого азотування.

Марка сталі	Обробка	HV _{0,1}
4Х4ВМФС	іонне азотування + загартування з трьохкратним відпуском(1)	1045,1055, 1030
4Х4ВМФС	іонне азотування + загартування з трьохкратним відпуском(2)	1030,1035, 1045
4Х5МФ1С	іонне азотування + загартування з трьохкратним відпуском(3)	1050, 1065, 1050

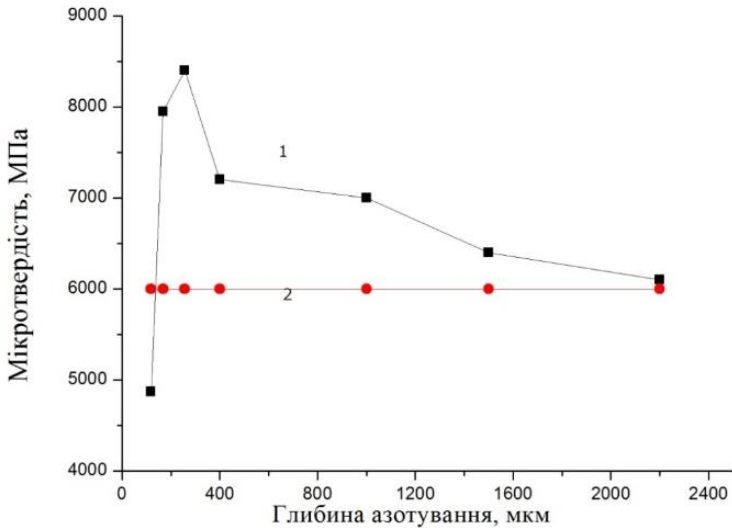


Рисунок 13 – Залежність твердості інструменту зі сталі 4Х5МФ1С по глибині, час азотування 1 година. 1-азотований шар, 2 загартована сталь (без азотування).

Для проведення рентгеноструктурного дослідження були взяті зразки сталі 4Х5МФ1С після різних видів обробки:

- 1) 4Х5МФ1С; іонне азотування; центр; 20,5х11,5х7,3мм;
- 2) 4Х5МФ1С; іонне азотування; поверхня; 22х13х8мм;
- 3) сталь 4Х5МФ1С в початковому стані до азотування;

Фазовий склад досліджених зразків наведено в таблиці 2.

Фотографія поперечного шліфа інструменту зі сталі 4Х5МФ1С з вимірюванням мікротвердості показано на рис. 14 [314, 319].

Таблиця 2 – Фазовий склад досліджених зразків.

№ зразка	Фаза	Вміст, %wt	Параметри решітки a , Å
1	Fe- α	80,0	2,8684
	Fe ₃ N	15,9	$a = 4,672$; $c = 4,400$
	Fe ₄ N	4,1	3,815
2	Fe- α	78,6	2,8697
	Fe ₃ N	5,4	$a = 4,668$; $c = 4,402$
	Fe ₄ N	16,1	3,815
3	Fe- α	100	2,868

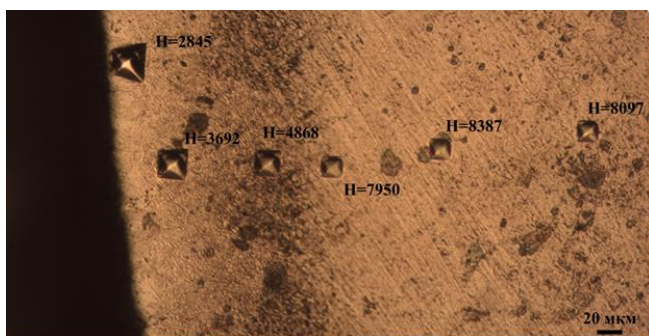


Рисунок 14 – Фотографія поперечного шліфа сталі 4X5MФ1С.

Дифрактограми зразків наведені на рис. 15,16,17

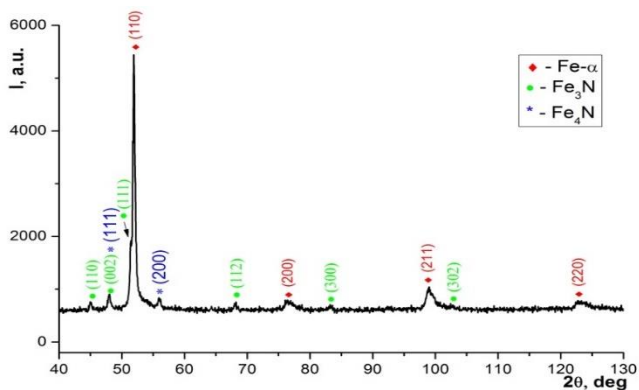


Рисунок 15 – Дифрактограма зразку №1.

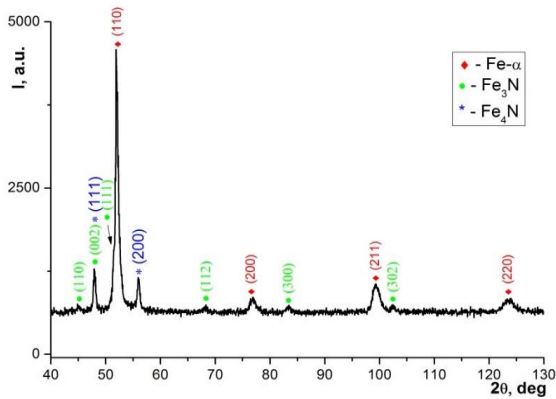


Рисунок 16 – Дифрактограма зразку №2.

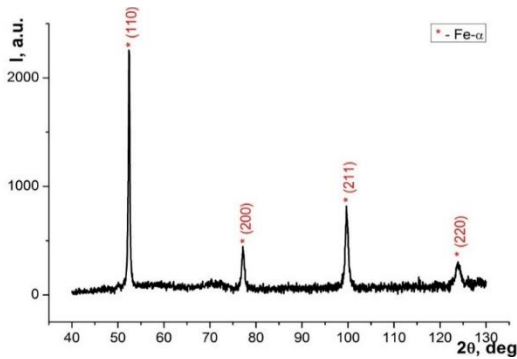


Рисунок 17 – Дифрактограма зразку №3.

Випробування роликів і опорних планок були проведені на стані «ХПТР 15-30» «ТОВ ВО Оскар» (м. Нікополь), а матричних кілець, голок-оправок, експандерів трубопрофільних пресів на пресовій дільниці «ТОВ ВО Оскар» (м. Дніпро) (рис. 18).

Проведення хіміко-термічної обробки (глибокого азотування з отриманням шару 2,2-2,3 мм) трубного інструменту з послідовним загартуванням і багаторазовим відпуском з використанням ДВДР в вакуумно-дугових установках типу «Булат» (ННЦ ХФТІ) підвищує стійкість інструменту внаслідок високих показників поверхневої твердості. Якщо стійкість матричних кілець зі сталі 5ХЗВЗМФС (ДІ-23) після звичайного термозміцнення складає 4–6 пресувань, то кільця з більш економнолегованої безвольфрамової сталі 4Х5МФ1С, піддані хіміко-термічній обробці (іонному азотуванню в плазмі ДВДР) і послідовним термозміцненням показали стійкість 10 – 12 пресувань,

внаслідок більш високої твердості, теплостійкості, утворення особливої структури на поверхні. Твердість поверхневого шару підвищилась до рівня 9500-11000 МПа, а експлуатаційна стійкість інструменту збільшилася в 1,5 – 1,7 рази, що забезпечується утворенням на поверхні інструменту зміцненого шару, що підтвердили результати металографічних досліджень, електронної мікроскопії, рентгеноструктурних досліджень та випробування механічних властивостей і результатами промислової апробації інструменту. Якщо стійкість експандерів зі сталі 4Х4ВМФС після звичайного термозміцнення (загартування з відпуском) складає до 100 пресовок, то інструмент, підданий додатково хіміко-термічній обробці (іонному азотуванню в плазмі ДВДР та подальшому загартуванню з багаторазовими відпусками), показали стійкість 130-140 пресовок внаслідок більш високої твердості, теплостійкості, утворення особливої структури на поверхні внаслідок проведення іонного азотування і наступних процесів структуроутворення при загартуванні і відпусках.



Рисунок 18 – Випробування трубного інструменту на ТОВ «ВО ОСКАР».

Досягнення такого ефекту стало можливим завдяки формуванню на поверхні складних багатофазових композицій на основі хімічних сполук атомів азоту з легуючими елементами [22].

Висновки

1. Іонне азотування в газовій плазмі дугового розряду є найбільш швидким і перспективним процесом зміцнення сталевих виробів в порівнянні із азотуванням в тліючому розряді і термічним азотуванням.

2. У зв'язку з низькою стійкістю трубного інструменту (інструменту для гарячого пресування корозійностійких труб, для холодної роликової прокатки особливо тонкостінних корозійностійких труб) виникла необхідність в удосконаленні зміцнюючих технологій трубного інструменту, оптимізації режимів таких технологій, розробці

раціональних методів зміцнення з використанням нових матеріалів.

3. Використання нових розробок у галузі ХТО, наприклад, технологія вакуумно-дугового азотування трубного інструменту (експандерів трубопрофільних пресів, матричних кілець, інструменту станів ХПТР) (ННЦ ХФТІ), яка поєднана зі зміцнюючою термічною обробкою, забезпечує на робочій поверхні виробу азотований шар, товщиною до 2,2-2,3 мм з твердістю $\geq 52-55$ HRC.

4. Результати впровадження на ведучих трубних підприємствах України ТОВ «ВО ОСКАР» і «ПрАТ Сентравіс Продакшн Юкрейн» технології іонно-плазменого азотування і наступного термозміцнення загартуванням з багаторазовими відпусками трубного інструменту дозволили отримати значний економічний ефект за рахунок зниження витрат на інструмент, скоротити недоліки виробництва за рахунок зменшення кількості переналадок обладнання і збільшити продуктивність праці при виробництві корозійностійких труб і труб з високолегованих сталей, при цьому стійкість інструменту підвищилась в 1,5 – 2,5 рази.

Перелік посилань

1. Кривчик Л. С. Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора філософії PhD за спеціальністю 132 - «Матеріалознавство». Український державний університету науки і технологій. Дніпро, 2023.

2. Друян В. М., Гуляев Ю.Г., Чукмасов С.О. Теорія та технологія трубного виробництва: підручник. Дніпро: VAL, 2000. 587 с.

3. Кузьмич В. О., Косенко В.М., Бузенко Л.В. Технологія виробництва сталевих труб методом гарячого пресування: підручник. Київ : НТУУ «КПІ», 2011. 224 с.

4. Кривчик Л.С., Пінчук В.Л., Хохлова Т.С., Очеретько Л.В. Особливості виробництва труб холодною роликовою прокаткою. Шляхи підвищення стійкості трубного інструменту», XVII-а міжнародна конференція «Стратегія якості в промисловості і освіті» Болгарія, м. Варна 5-8 червня 2023 р

5. Фролов В.Ф., Данченко В.Н., Фролов Я.В. Холодная пильгерная прокатка труб. Днепропетровск: Пороги, 2005. 255 с.

6. Афанділянц Є.Г., Зазимко Є.В., Лопатько К.Г. Технологія конструкційних матеріалів і матеріалознавство: підручник. Київ: НАУ, 2008. 234 с.

7. Азаренков С.І., Бойко Л.В., Боровик В.В. та ін. Хіміко-термічна обробка сталей: навчальний посібник. К.: НТУУ "КПІ", 2015.

8. Бялік О.М., Черненко В.С. Металознавство : підручник 2-е вид., переробл. і допов. Київ : Політехніка, 2008. 384 с.

9. Тимошенко В.А., Никифорчин Ю.М. Матеріалознавство : метод. вказівки і контрольні завдання. Івано-Франківськ : ІФНТУНГ, 2004. 26 с.

10. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С. Використання хіміко-термічної обробки з метою покращення експлуатаційних властивостей інструмента для пресування нержавіючих труб // XI Міжнародна науково-практична інтернет-конференція «Сучасний рух науки» м. Дніпро. 8-9 жовтня 2020 р., С. 347-353

11. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С., Дейнеко Л.М., Пінчук В.Л. «Хіміко-термічна обробка трубопресового інструменту для виробництва корозійностійких труб – ефективний сучасний засіб термозміцнення з метою покращення експлуатаційних властивостей інструменту» // IX International Scientific and Practical Conference INTERNATIONAL FORUM: PROBLEMS AND SCIENTIFIC SOLUTIONS Australia, Melbourne, February 6-8, 2022. С.583-597

12. Ломино С., Овчаренко В.Д., Полякова Г.Н., Андреев А.А., Шулаев А.М. Межэлектродная плазма вакуумной дуги в атмосфере азота. Сб. докл. 5-го Межд. симпозиума «Вакуумные технологии и системы», ISVTE-5. Харьков, 2002. С. 202-222.

13. Кривчик Л.С., Пінчук В.Л., Хохлова Т.С., Столбовий В.О., Дейнеко Л.М. Зміцнення трубного інструменту шляхом проведення комбінованої обробки – іонного азотування з нанесенням зносостійких покриттів» // IV Міжнародній конференції «Інноваційні технології в науці та освіті. Європейський досвід» м. Гельсінкі, Фінляндія. Листопад 2021 р.

14. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С., Пінчук В.Л., Столбовий В.О., Сребрянський Г.О. Зміцнення інструменту для холодної роликової прокатки корозійностійких труб за допомогою сучасних видів хіміко-термічної обробки, Науково-технічний журнал «Металознавство та обробка металів». 2022. №4, С.40-47.

15. А.А. Андреев, Л.П. Саблев, В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005, 236 с.

16. Герасимов С.А., Жихарев А.В., Березина Е.В. и др. Новые идеи о механизме образования структуры азотированных сталей. Металлургия, 2004. №1. С. 13-17.

17. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С., Дейнеко Л.М., Пінчук В.Л. Сучасні шляхи зміцнення трубного інструменту для виробництва корозійностійких труб. Proceedings of the 12th International Scientific and Practical Conference SCIENTIFIC RESEARCH IN XXI CENTURY OTTAWA, CANADA 16-18.07.2022. С. 368-380

18. Столбовий В.О. Фізико-технологічні основи формування багатопшарових наноструктурних вакуумно-дугових покриттів на основі нітридів тугоплавких металів: автореферат дисертації на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук: 01.04.07. Харків, 2021, 36 с.

19. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С., Цеханський Д.Н., Пінчук В.Л. Особливості виробництва труб пресуванням. Шляхи підвищення стійкості трубопресового інструменту, XIII-а Всеукраїнська конференція «Молоді вчені 2023 – від теорії до практики» м. Дніпро 23 березня 2023 р.

20. Brading H.J., Morton P.H., Earweaker G. Plasma-nitriding with nitrogen, hydrogen and argon gasmixtures: Structure and composition of coating // Surf. Eng. 1992. v.8. №3. P 206-211.

21. Кривчик Л.С., Пінчук В.Л., Хохлова Т.С. «Шляхи зміцнення трубопресового інструменту для виробництва корозійностійких труб з метою покращення його експлуатаційних характеристик» // V Международная научно- практическая конференция THEORY AND PRACTICE OF SCIENCE: KEY ASPECTS. Рим. Італія. 7-8 ноября, 2021, С. 349-371

22. Кривчик Л.С., Хохлова Т.С., Дейнеко Л.М., Пінчук В.Л. Сучасні шляхи

зміцнення трубного інструменту для виробництва корозійностійких труб»
 Proceedings of the 12th International Scientific and Practical Conference
 SCIENTIFIC RESEARCH IN XXI CENTURY OTTAWA, CANADA 16-
 18.07.2022. С. 368-380

References

1. Kryvchik, L. S. (2023). Development of parameters of strengthening technologies of pipe tools for the production of hot-pressed and cold-deformed pipes. [Dissertation for the degree of Doctor of Philosophy PhD in the specialty 132 - "Materials Science."]. Ukrainian State University of Science and Technology. Dnipro.
2. Druyan, V. M., Gulyayev, Yu. G., & Chukmasov, S. O. (2000). Theory and Technology of Pipe Production. Dnipro: VAL.
3. Kuzmich, V. O., Kosenko, V. M., & Buzenko, L. V. (2011). Technology of steel pipe production by hot pressing. Kyiv: NTUU "KPI".
4. Kryvchik, L. S., Pinchuk, V. L., Khokhlova, T. S., Ocheretko, L. V. (2023). Features of pipe production by cold rolling. Ways to improve the stability of pipe tools, XVII International Conference "Quality Strategy in Industry and Education," Bulgaria, 2023, June 5-8, pp. 97-109.
5. Frolov, V. F., Danchenko, V. N., & Frolov, Ya. V. (2005). Cold pilger rolling of pipes. Dnipropetrovsk: Porogi.
6. Afandilyants, E. G., Zazimko, E. V., & Lopatko, K. G. (2008). Technology of structural materials and materials science. Kyiv: NAU.
7. Azarenkov, S. I., Boiko, L. V., Borovik, V. V. et al. (2015). Chemical and thermal treatment of steels. Kyiv: NTUU "KPI".
8. Bialik, O. M., & Chernenko, V. S. (2008). Metallurgy. 2nd edition, revised and supplemented. Kyiv: Polytechnika.
9. Tymoshenko, V. A., & Nikiforchin, Yu. M. Materials Science (2004). Methodological Guidelines and Control Tasks. Ivano-Frankivsk: IFNTUNG.
10. Kryvchik L. S., & Khokhlova T. S. (2020). Use of chemical-thermal treatment to improve the operational properties of tools for pressing stainless steel pipes. In: XI International Scientific and Practical Internet Conference "Modern Movement of Science" Dnipro, 2020, October 8-9, pp. 347-353.
11. Kryvchik, L. S., Khokhlova, T. S., Deineko, L. M., & Pinchuk, V. L. (2022). Chemical-thermal treatment of pipe pressing tools for the production of corrosion-resistant pipes – an effective modern means of heat treatment to improve the operational properties of the tool. In: IX International Scientific and Practical Conference "International forum: problems and scientific solutions", Australia. Melbourne, 2022, February 6-8, pp. 583-597
12. Lomino, S., Ovcharenko, V. D., Polyakova, G. N., & Andreev, A. A., Shulaev A.M. (2002). In: Interelectrode plasma of a vacuum arc in a nitrogen atmosphere. Proceedings of the 5th International Symposium "Vacuum Technologies and Systems", ISVTE-5. Kharkiv, pp. 202-222.
13. Krivchik, L. S., Pinchuk, V. L., Khokhlova, T. S., Stolbovoy, V. O., & Deineko, L. M. (2021). Strengthening of pipe tools by combined treatment – ion nitriding with the application of wear-resistant coatings. In: IV International Conference "Innovative Technologies in Science and Education. European Experience," Helsinki, Finland, 2021, November 11-12, pp. 186-192.

14. Kryvchik, L. S., Khokhlova, T. S., Pinchuk, V. L., Stolbovoy, V. O., & Srebransky G. O. (2022). Strengthening tools for cold roller rolling of corrosion-resistant pipes using modern types of chemical-thermal treatment. *Scientific and Technical Journal "Metallurgy and Metal Processing"*, (4), 40-47.

15. Andreev, A. A., Sablev, L. P., Shulaev, V. M., & Grigoriev, S. N. (2005). *Vacuum arc devices and coatings*. Kharkiv: NNC KIPT.

16. Gerasimov, S. A., Zhikharev, A. V., Berezina, E. V. et al. (2004). New ideas on the mechanism of formation of the structure of nitrided steels. *MiTOM*, (1), 13-17.

17. Krivchik, L. S., Khokhlova, T. S., Deineko, L. M., Pinchuk, V. L. Modern ways of strengthening pipe tools for the production of corrosion-resistant pipes. (2022). In: *Proceedings of the 12th International Scientific and Practical Conference "Scientific research in the 21st century"*, Ottawa, Canada, 2022, July 16-18, pp. 368-380

18. Stolbovyi, V. O. (2021). *Physical and technological foundations of the formation of multilayer nanostructured vacuum arc coatings based on refractory metal nitrides* [Abstract of the dissertation for the degree of Doctor of Technical Sciences. Kharkiv].

19. Kryvchik, L. S., Khokhlova, T. S., Tsekhansky, D. N., & Pinchuk, V. L. Features of pipe production by pressing. Ways to increase the stability of pipe pressing tools. (2023). In: *"XIII All-Ukrainian Conference "Young Scientists 2023 – From Theory to Practice"*, Dnipro, 2023, March 23, pp.128-139.

20. Brading, H. J., Morton, P. H., & Earweaker, G. (1992). Plasma-nitriding with nitrogen, hydrogen and argon gas mixtures: Structure and composition of coating *Surf. Eng.*, 8(3), 206-211.

21. Kryvchik, L. S., Pinchuk, V. L., Khokhlova, T. S. (2021). Ways to strengthen pipe pressing tools for the production of corrosion-resistant pipes in order to improve their performance. In: *V International Scientific and Practical Conference "Theory and practice of science: key aspects"*, Rome, Italy, 2021, November 7-8, pp. 349-371.

22. Kryvchik, L. S., Khokhlova, T. S., Deineko, L. M., & Pinchuk, V. L. (2022). Modern ways of strengthening pipe tools for the production of corrosion-resistant pipes". In: *Proceedings of the 12th International Scientific and Practical Conference "Scientific research in the 21st century"*, Ottawa, Canada, 2022, July 16-18, pp. 368-380.

V. O. Stolbovy^{1,2,3}, D. Sc. (Tech.), Senior Researcher, ORCID 0000-0001-7734-0642

L. M. Deineko⁴, Professor, D. Sc. (Tech.), ORCID 0000-0002-1177-3055

V. L. Pinchuk^{5,*}, teacher-methodist of the highest category, ORCID 0000-0001-8257-9252

L. S. Kryvchyk⁵, Ph. D., ORCID 0000-0002-7769-3808

¹ *Scientific and Organizational Department, Presidium of the National Academy of Sciences of Ukraine*

² *National Scientific Center "Kharkiv Institute of Physics and Technology"*

³ *Kharkiv National Automobile and Highway University*

⁴ *Ukrainian State University of Science and Technology*

⁵ *Nikopol Vocational College, Ukrainian State University of Science and Technology*

* *Corresponding author: v.l.pinchuk@nmt.org.ua*

FEATURES OF DEEP ION-PLASMA NITRIDING OF STAMPED STEEL TOOLS FOR THE PRODUCTION OF CORROSION-RESISTANT PIPES

Abstract. A wide variety of tools are used in the production of corrosion-resistant pipes. These include dies and die rings, mandrel needles, press washers, bushings, expanders, rollers, support plates, mandrels, and gauges. Their operating conditions are characterized by significant loads, high temperatures, strong friction, and significant specific pressures. In most processes, pipe tools have low stability, which requires stopping mills and presses, constant retooling, and reduces the efficiency of rolling and pressing corrosion-resistant pipes. With low tool stability, the quality of the inner surface of the pipes and their stability in operation also decreases. This is especially important in the difficult operating conditions of these pipes: in the energy, aviation, machine building, chemical, and food industries. Therefore, the search for modern ways to strengthen and improve the corrosion resistance of pipe tools is an important task of modern materials science. The relevance of the topic stems from the need to create highly productive and durable tools for the production of corrosion-resistant pipes, which is primarily associated with the problem of obtaining and processing materials that can withstand the harsh operating conditions of the tools (high temperatures, intense sliding speeds, and high wear rates). primarily with the problem of obtaining and processing materials that could withstand the harsh operating conditions of the tool (high temperatures, intense sliding speeds and significant specific pressure, alternating loads, dynamic impacts). Thus, there is a certain interest in improving heat treatment methods and using modern types of chemical-thermal treatment to increase the wear resistance and performance characteristics of tools. The aim of the work is to find modern ways to strengthen the main pipe tools (pipe pressing tools – die rings, expanders) for pressing corrosion-resistant pipes on pipe pressing machines and tools for cold rolling of pipes (rollers, support strips of HPT mills) used in the production of thin-walled pipes from corrosion-resistant steels using new technologies of ion-plasma nitriding and modern methods of alloy structure research, as well as real testing of tools in production conditions and implementation of the results of the work at existing pipe enterprises in Ukraine.

Keywords: technology, ion-plasma nitriding, strengthening, microstructure, microhardness, tool steels.

For citation: Stolbovy, V. O., Deineko, L. M., Pinchuk, V. L., & Kryvchyk, L. S. (2025). Features of deep ion-plasma nitriding of stamped steel tools for the production of corrosion-resistant pipes. *Fundamental and Applied Problems of Ferrous Metallurgy*, 39, 226-245. <https://doi.org/10.52150/2522-9117-2025-39-13>

Рукопис надійшов до редакції / Received 13.07.2025

Рекомендовано до друку / Accepted 21.10.2025