

Некоммерческое акционерное общество
«Восточно-Казахстанский университет имени Сарсена Аманжолова»

УДК 621.78

На правах рукописи

САТБАЕВА ЗАРИНА АСКАРБЕКОВНА

**Структурообразование в легированных сталях при электролитно-
плазменном поверхностном упрочнении**

6D060400 – Физика

Диссертация на соискание степени
доктора философии (Ph.D)

Научные консультанты:
доктор физико-математических
наук, профессор Кылышканов М.К.

Ph.D, ассоциированный профессор
Рахадиллов Б.К.

Dr., professor W. Wieleba

Республика Казахстан
Усть-Каменогорск, 2022

СОДЕРЖАНИЕ

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ.....	5
ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА МОДИФИКАЦИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СТАЛЕЙ ЭЛЕКТРОЛИТНО - ПЛАЗМЕННЫМ УПРОЧНЕНИЕМ	12
1.1 Анализ существующих способов термической обработки сталей закалкой	12
1.2 Физико-химические основы электролитно-плазменного упрочнения	16
1.3 Структурные и фазовые превращения в сталях при термическом воздействии	22
1.4 Постановка задачи	30
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ	32
2.1 Материалы исследования	32
2.2 Методы исследования упрочненного слоя	33
2.2.1 Металлографический и растрово-электронно-микроскопический анализы	33
2.2.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ	33
2.2.3 Методика определения микротвердости и нанотвердости	34
2.2.4 Методика проведения трибологических испытаний	35
2.2.5 Методика испытания на абразивный износ	35
2.2.6 Методика испытаний на коррозионную стойкость	35
2.3 Просвечивающий электронно-микроскопический метод исследования	36
2.3.1 Подготовка образцов и метод съемки на просвечивающем электронном микроскопе	36
2.3.2 Методика определения количественных параметров тонкой структуры	37
2.3.3 Определение погрешностей количественных параметров	39
ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА СПОСОБА ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО УПРОЧНЕНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ	42
3.1 Технологическая характеристика установки и описание процесса осуществления электролитно-плазменного упрочнения сталей	42
3.2 Изучение физико-химических основ процесса поверхностного электролитно-плазменного упрочнения	44
3.3 Оценка обоснования выбор оптимального состава электролита для электролитно-плазменного упрочнения	49
3.4 Выводы по третьей главе	55
ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО УПРОЧНЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ И СВОЙСТВА ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ	57

4.1	Изменение структурно-фазового состояния легированных сталей при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении	57
4.2	Оценка микротвердости и трибологических свойств легированных сталей при электролитно-плазменном модифицировании	63
4.3	Выводы по четвертой главе	79
ГЛАВА 5. ФОРМИРОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ОСНОВНЫХ И ВТОРИЧНЫХ ФАЗ В ХРОМНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОМ УПРОЧНЕНИИ		80
5.1	Структурно-фазовое состояние и количественные характеристики основных морфологических составляющих дислокационной структуры стали 34ХН1М в состоянии поставки	80
5.2	Морфологические особенности тонкой структуры стали 34ХН1М после электролитно-плазменного поверхностного упрочнения	85
5.3	Выводы по пятой главе	99
ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ		102
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		105
ПРИЛОЖЕНИЕ А		118

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В данной диссертационной работе использованы ссылки на следующие стандарты:

– ГОСТ 9450-76 – Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников;

– ГОСТ 23.208-79 – Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытания материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ВКУ	–	Восточно-Казахстанский университет
НИИ	–	Научно-исследовательский институт
ТГАСУ	–	Томский государственный архитектурно-строительный университет
ЭППУ	–	Электролитно-плазменное поверхностное упрочнение
МОН РК	–	Министерство образования и науки Республики
ОЦК	–	объемно-центрированная кубическая решетка
ГЦК	–	гранецентрированная кубическая решетка
ГПУ	–	гексагональная плотноупакованная решетка
РФА	–	рентгенофазовый анализ
ПЭМ	–	просвечивающая электронная микроскопия
РЭМ	–	растровая электронная микроскопия
ЭОС	–	электронная Оже-спектроскопия
ЭДС	–	энергодисперсионная спектроскопия
НВ	–	твёрдость, определённая по методу Виккерса
БД	–	база данных.

ВВЕДЕНИЕ

Общая характеристика работы. Диссертационная работа посвящена экспериментальным исследованиям изменений структурно-фазовых состояний и трибологических свойств поверхностных слоев сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении, а также разработке ресурсосберегающего способа электролитно-плазменного упрочнения конструкционных легированных сталей. В работе представлены результаты исследования влияния технологических параметров разработанного способа плазменно-электролитического поверхностного упрочнения на структурно-фазовые состояния и трибологические и механические характеристики легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М. На основе экспериментальных работ, проведенных с применением апробированных методов исследований и стандартных методов трибо-механических испытаний, было установлено, что электролитно-плазменное поверхностное упрочнение позволяет существенно повысить механические и трибологические свойства за счет формирования модифицированных слоев на поверхности материала состоящих как из основных, так и из вторичных упрочняющих фаз.

Актуальность темы. Постоянное совершенствование эксплуатационных характеристик оборудования и промышленной техники в основном обеспечивается с увеличением их мощности и производительности, которая требует интенсификации повышения рабочих характеристик их основных узлов и деталей. Состояние рабочего поверхностного слоя, где активно развиваются повреждения, которые уменьшают срок службы детали любой техники, дает оценку технико-экономических показателей эксплуатации техники. Для обеспечения высокой циклической долговечности, высокой износостойкости, снижения чувствительности к концентраторам напряжений необходимо создать в упрочняемом сечении детали градиент свойств, предусматривающий наличие твердой и износостойкой поверхности, вязкой, но прочной сердцевины и сжимающих напряжений в поверхностном слое. Реализация такого комплекса свойств возможна при применении метода поверхностной термообработки.

В настоящее время, наряду с металлургическими методами и термической обработкой в условиях заводов-изготовителей для повышения срока службы зубчатых колес рассматривается и местное поверхностное упрочнение изнашиваемых поверхностей с использованием различных технологий. Поверхностное термическое упрочнение стальных деталей является одним из наиболее эффективных и действенных способов увеличения ресурса работы нагруженных элементов машин и механизмов, а также снижения их материалоемкости. При этом упрочняют только наиболее нагруженную рабочую поверхность детали, оставляя нетронутой сердцевину. При этом, прогресс в повышении качества поверхностной термообработки (закалки) рабочих поверхностей деталей связан с применением концентрированных источников энергии: электронного и лазерного луча, плазменной струи. Такие методы позволяют достигать более высокие эксплуатационные свойства и качество

упрочнения. В настоящее время для поверхностного термического упрочнения зубчатых колес в промышленности широко применяют высокочастотную, газопламенную, плазменную, электроннолучевую и лазерную обработку. При этом из всех существующих способов упрочнения по своим технико-экономическим показателям находит широкое и эффективное применение плазменное поверхностное упрочнение. Одним из разновидностей плазменного поверхностного упрочнения является электролитно-плазменное упрочнение (ЭПУ). Основной отличительной особенностью метода электролитно-плазменного упрочнения является меньшая стоимость, доступность технологического оборудования и расходных материалов, большие размеры упрочненной зоны и высокая скорость охлаждения по сравнению с традиционными методами плазменного поверхностного упрочнения. Сущность его заключается в термических фазовых и структурных превращениях, происходящих при быстром концентрированном нагреве рабочей поверхности детали плазменным воздействием с последующим быстрым охлаждением за счет теплоотвода вглубь материала и воздействия проточного электролита на нагретой поверхности материала. Образующиеся при этом структуры закалочного типа обладают высокой твердостью, износостойкостью и сопротивлением разрушению.

Анализ характеристик существующих способов и технологий модифицирования поверхности конструкционных сталей показывает, что задача разработки ресурсосберегающего способа поверхностного электролитно-плазменного упрочнения стальных деталей промышленного, инструментального и машиностроительного назначения с преимущественно высоким сроком службы является современной и актуальной.

Целью работы исследование закономерностей формирования структурно-фазовых состояний и изменений механических и трибологических характеристик легированных сталей при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **основные задачи**:

1. Разработать способ и определить оптимальный режим электролитно-плазменного поверхностного упрочнения легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М;
2. Исследовать изменение микроструктуры и фазового состава поверхностных слоев легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении;
3. Изучить влияние технологических параметров электролитно-плазменного поверхностного упрочнения на твердость, износостойкость и коррозионную стойкость легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М;
4. Изучить влияние электролитно-плазменного упрочнения на тонкую структуру поверхностного слоя легированной стали.

Объект исследования – легированные стали марки 40ХН, 34ХН1М, 20Х2Н4А до и после поверхностного электролитно-плазменного упрочнения.

Предмет исследования – особенности процесса электролитно-плазменного упрочнения, структурно-фазовые состояния и трибологические свойства упрочненных слоев конструкционных сталей 40ХН, 34ХН1М, 20Х2Н4А.

Методы исследования. Для изучения структурно-фазовых состояний упрочненного поверхностного слоя, полученного методом электролитно-плазменного упрочнения, применялись следующие методы экспериментального исследования: рентгеноструктурный анализ, сканирующая электронная и просвечивающая электронная микроскопии, профилометрия. Механические и трибологические характеристики упрочненного слоя определялись путем измерения микротвердости, испытания на износостойкость по схеме «шар-диск», а также испытаниями на абразивное изнашивание.

Все исследования настоящей работы были проведены на современных экспериментальных оборудованьях Научно-исследовательского центра «Инженерия поверхности и трибология», Национальной научной лаборатории коллективного пользования НАО ВКУ имени Сарсена Аманжолова, лаборатории инженерного профиля «IRGETAS» НАО ВКТУ имени Д. Серикбаева, ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет» (г. Томск, Россия).

Научная новизна работы:

– разработан новый способ упрочнение легированных сталей, который осуществляется в электролите на основе водного раствора карбоната натрия и карбамида путем локального плазменного воздействия на поверхность обрабатываемого материала при подачи напряжения между обрабатываемым материалов и жидким электролитным катодом 320В в течении 2 сек и охлаждения при отключении напряжения за счет теплоотвода вглубь материала и воздействия направленного потока электролита, находящийся в циркуляционном режиме.

– впервые получены систематизированные экспериментальные данные о влиянии электролитно-плазменного поверхностного упрочнения на структуру, фазовый состав и трибологические свойства конструкционных легированных сталей 40ХН, 34ХН1М, 20Х2Н4А;

– впервые установлены морфологические особенности тонкой структуры и количественные параметры дислокационной структуры легированной стали 34ХН1М до и после электролитно-плазменной поверхностного упрочнения.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Разработанный способ электролитно-плазменного поверхностного упрочнения легированных сталей. Разработанный новый способ упрочнения легированных сталей, который осуществляется в электролите на основе водного раствора карбоната натрия и карбамида путем локального плазменного воздействия на поверхность обрабатываемого материала при подачи напряжения между обрабатываемым материалов и жидким электролитным катодом 320В в течении 2 секунд и быстрого охлаждения при отключении напряжения за счет теплоотвода вглубь материала и воздействия направленного потока электролита

на нагретую поверхность, позволяет получить модифицированный поверхностный слой толщиной $\sim 0,5-1,5$ мм состоящий из α' -фазы, γ -фазы и карбида M_3C .

2. Модифицирование микроструктуры и свойств легированных сталей при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении. После электролитно-плазменной поверхностной закалки в зависимости от степени легированности сталей твердость в среднем у хромоникелевых и хромоникельмолибденовых сталей увеличивается в 1,5-2 и ~ 3 раза, а также параметр износостойкости имеет определенную зависимость от содержания углерода в сталях, так значения износостойкости сталей марки 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А увеличились в 10 раз, ~ 6 раз и 3,5 раза соответственно, по сравнению с исходными образцами.

3. Морфологические особенности и количественные параметры дислокационной структуры стали 34ХН1М до и после электролитно-плазменного поверхностного упрочнения. ЭППУ стали 34ХН1М способствует образованию тонкой структуры, состоящей из пакетного и пластинчатого мартенсита с объемными долями 60% и 40%, остаточного аустенита, цементита и сложного карбида $M_{23}C_6$, формирование которых, способствует повышению внутреннего напряжения сдвига от 295 МПа до 370 МПа и тем самым приводит к упрочнению поверхности материала за счет повышения скалярной плотности дислокации от $2,20 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ до $\rho = 3,47 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и ее высокого значения по сравнению с избыточной плотности дислокации, которая составляет $\rho_{\pm} = 1,97 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ в модифицированном слое.

Научная и практическая значимость. Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований дают новые, более глубокие представления о процессе формирования модифицированного поверхностного слоя в конструкционных легированных сталях при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении. Данная работа имеет важное практическое значение, так как разработанный способ электролитно-плазменного поверхностного упрочнения позволяет получить модифицированный поверхностный слой на конструкционных легированных сталях с улучшенными физико-механическими свойствами. Внедрение разработанного способа, увеличивающего долговечность деталей, в машиностроительное производство дает технико-экономический и экологический эффект за счет применения простого оборудования, не дорогого и экологически чистого электролита на основе карбамида и карбоната натрия, сокращения длительности процесса, повышения производительности труда и уменьшения экологической нагрузки на окружающую среду.

Разработанный способ электролитно-плазменного поверхностного упрочнения защищен патентами Республики Казахстан на полезную модель «Способ закалки стальных изделий» (полезная модель №4891 от 28.04.2020г.) и «Установка для плазменного поверхностного упрочнения деталей из стали и чугуна» (№5354 от 04.09.2020г.). Полученные результаты исследования могут быть полезны при выборе видов и режимов упрочняющих обработок деталей из конструкционных сталей.

Связь работы с научно-исследовательскими проектами. Тема представленной к защите диссертации «Структурообразования в легированных сталях при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении» соответствует приоритетному направлению развития науки «Энергетика и машиностроение», а работа выполнена по Государственной программе, в рамках грантового финансирования: АР05134936 «Разработка технологии электролитно-плазменной поверхностной закалки для повышения долговечности тяжело-нагруженных зубчатых колес», выполняемый на базе НИЦ ИПиТ ВКУ имени Сарсена Аманжолова.

Личный вклад автора. Личный вклад автора состоит в проведении эксперимента по электролитно-плазменному поверхностному упрочнению, анализе литературных данных, в проведении электронно-микроскопических, рентгеноструктурных исследований, в проведении работ по определению твердости, износостойкости сталей, а также статистической обработке результатов. Постановка задачи, анализ полученных результатов и формулировка основных выводов были проведены совместно с научными консультантами.

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается.

Обоснованность и достоверность результатов обеспечиваются тем, что при их получении использованы проверенные стандартные методы исследования и современные точные измерительные приборы и установки, объемом и статистикой экспериментальных данных и их сопоставлением с полученными ранее экспериментальными результатами известных ученых СНГ и дальнего зарубежья. Результаты исследований опубликованы в научных журналах, доложены и обсуждены на международных конференциях.

Апробация результатов работы. Основные результаты доложены на: 11-ом Международном симпозиуме «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка», г. Минск, Белоруссия, 10-12 апреля 2019 г.; 11-я Международная научная конференция «Хаос и структуры в линейных системах. Теория и эксперимент», г. Караганда, 22-23 ноября 2019 г.; 28st International Conference on Metallurgy and Materials «Metal 2019», Brno, Czech Republic, may 22nd-24th 2019; 14th International conference «Gas Discharge Plasmas and Their Applications», Tomsk, Russia, September 15-21, 2019; Международная научно-практическая конференция «Материаловедение, машиностроение и энергетика: проблемы и перспективы развития», Барнаул, Российская Федерация, 27-28 июня 2019 г.; Международная научно-практическая конференция «Материаловедение и металлургические технологии», Челябинск, Российская Федерация, 1-3 октября 2019 г.; 29st International Conference on Metallurgy and Materials «Metal 2020», Brno, Czech Republic, may 20nd-22th 2020.

Кроме того, основные научные результаты докладывались и обсуждались на научных семинарах НИЦ «Инженерия поверхности и трибология» ВКУ имени

Сарсена Аманжолова (2018-2021 годы), на кафедре физики ВКУ имени Сарсена Аманжолова, Усть-Каменогорск, (2020-2021 годы).

Публикации. По теме диссертации опубликованы 14 печатных работ в соавторстве, из них: 3 статьи опубликованы в журналах, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования МНиВО РК, 3 статьи опубликованы в журналах, входящих в базы данных Scopus и Web of Science, 5 статей в сборниках материалов международных конференций, а также 1 монография в соавторстве и 2 патента на полезную модель Республики Казахстан.

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, четырех разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 119 страницах, содержит 50 рисунков, 12 таблиц и список использованных источников из 183 наименований.

1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА МОДИФИКАЦИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СТАЛЕЙ ЭЛЕКТРОЛИТНО - ПЛАЗМЕННЫМ УПРОЧНЕНИЕМ

В настоящей главе изложен литературный анализ существующих способов поверхностной термической обработки сталей, а также данные об изменениях структуры и свойств сталей при поверхностной закалке концентрированными потоками энергии и структурных и фазовых превращениях в сталях при электролитно-плазменном упрочнении.

1.1 Анализ существующих способов термической обработки сталей закалкой

Одним из важнейших показателей, определяющих спрос на проектируемую деталь, является ее качество. Обеспечение необходимого качества возможно при удовлетворении эксплуатационных требований, предъявляемых к деталям машин.

Работоспособность и надежность детали обеспечиваются за счет выполнения следующих основных требований: прочности, жесткости и стойкости к различным воздействиям (износу, вибрации, температуре и др.). Выполнение требований прочности при статическом, циклическом и ударном нагружении должно исключить возможность разрушения, а также возникновения недопустимых остаточных деформаций. Требования жесткости к детали или контактной поверхности сводятся к ограничению возникающих под действием нагрузок деформаций, нарушающих работоспособность изделия, к недоступности потери общей устойчивости для длинных деталей, подвергающихся сжатию, и местной – у тонких элементов. Должна быть обеспечена износостойкость детали, которая существенно влияет на долговечность работы механизма. Достаточно, чтобы для каждой детали выполнялись не все перечисленные выше требования, а лишь те, которые связаны с ее эксплуатацией. Детали, испытывающие максимальные напряжения на поверхности (изгиб, контактные напряжения), для повышения сопротивления усталости подвергают поверхностному упрочнению. Существуют следующие методы поверхностного упрочнения: механический, термический, химико-термический, лазерная закалка, ионная имплантация и др.

Требования по созданию долговечных машин можно удовлетворить не только разработкой современных конструктивных решений и применением новых высокопрочных материалов, но и путем изменений поверхностного слоя деталей машин [1-3].

Поверхностное термическое упрочнение стальных деталей является одним из наиболее эффективных и действенных способов увеличения ресурса работы нагруженных элементов машин и механизмов, а также снижения их материалоемкости. При этом упрочняют только наиболее нагруженную рабочую поверхность детали, оставляя нетронутой сердцевину [4]. Прогресс повышения качества термообработки (закалки) рабочих поверхностей деталей связан с

применением концентрированных источников энергии: электронного и лазерного луча, плазменной струи. Такие методы позволяют достигать более высокие эксплуатационные свойства и качество упрочнения. В настоящее время для поверхностного термического упрочнения ответственных тяжело нагруженных деталей в промышленности широко применяют высокочастотную, газопламенную, плазменную, электроннолучевую и лазерную обработку [5,6].

При этом из всех существующих способов упрочнения по своим технико-экономическим показателям и результатам сравнительного анализа рекомендована плазменная поверхностная закалка. Основной отличительной особенностью метода плазменного поверхностного упрочнения является возможность получения скоростей нагрева и охлаждения материалов, на несколько порядков превышающих значения, характерные для традиционных методов упрочнения (печной закалки, закалки ТВЧ, газопламенной закалки и др.), что способствует получению упрочненных слоев с недостижимым ранее уровнем эксплуатационных свойств [7-9]. Образующиеся при этом структуры закалочного типа обладают высокой твердостью, износостойкостью и сопротивлением разрушению. Структурные превращения в целом соответствуют происходящим при объемной закалке, однако, высокие скорости нагрева и охлаждения вызывают изменение соотношений между структурными составляющими, изменение их морфологии вследствие диспергирования, образование новых фаз, повышенной дефектности кристаллического строения (увеличение плотности дислокаций, измельчение блоков и рост напряжений в кристаллической решетке) [10-12].

Практика промышленного применения плазменной поверхностной термообработки показала, что термический цикл процесса удобно регулировать изменением величины тока дуги и скорости ее перемещения при постоянном оптимальном уровне других параметров (напряжение на дуге, расход плазмообразующего или защитного газа, расстояние от сопла до обрабатываемой поверхности и др). Помимо тока и напряжения дуги, можно регулировать расход плазмообразующего газа, диаметр и длину канала сопла, зазор между катодом и соплом, сечение каналов завихрителя и др. [7, 11, 13].

Анализ показывает, что плазменный источник поверхностного нагрева можно во многих случаях применять наряду с такими источниками, как лазерный и электронно-лучевой, обеспечивая высокие технико-экономические показатели процесса. Следует выделить два направления использования плазменного нагрева. К первому направлению следует отнести технологию плазменного упрочнения (закалки) с использованием сжатой дуги прямого или косвенного действия, генерируемой специальным плазмотроном. А второе направление - технология ионно-плазменного и электролитно-плазменного упрочнения. В последнее время, особый интерес представляет второе направление, а именно технология электролитно-плазменного упрочнения, благодаря которой можно достичь достаточно высокие эксплуатационные свойства [14]. Электролитно-плазменное упрочнение представляет собой один из способов скоростного нагрева, при котором обрабатываемая деталь является

катодом или анодом относительно водного электролита [15]. В зависимости от режима нагрева, состава электролита, конструктивных параметров оборудования можно производить закалку, химико-термическую и термоциклическую обработку материалов [16]. При этом электролитно-плазменная закалка является наиболее экономичным и производительным методом. Он характеризуется меньшей энергоемкостью, простотой технологического оборудования и большими размерами упрочненной зоны. Достоинствами метода являются достаточно большая производительность процесса и возможность упрочнять детали большой массы и сложного профиля, а степень упрочнения сравнима с плазменной закалкой [17-20].

Накопленный опыт использования электролитно-плазменной закалки позволяет заключить, что параметры формируемых структурных состояний и свойств зоны термического влияния сопоставимы, а по универсальности, производительности и технико-экономической эффективности они предпочтительны по сравнению с плазменной закалкой с использованием сжатой дуги прямого или косвенного действия. Так, технология поверхностной закалки с электролитно-плазменным нагревом может быть осуществлена в условиях малого термического участка единичного и мелкосерийного производства, опытных и ремонтных предприятиях при минимальных затратах на оборудование, вспомогательные материалы и электроэнергию, при простоте ее осуществления и максимальной эффективности обработки.

В последнее время достаточно интенсивно ведутся исследования по влиянию электролитно-плазменной обработки на структуру и свойства сталей и сплавов, проводятся работы по разработке и внедрению процесса электролитно-плазменного нагрева для закалки и химико-термической обработки различных изделий. Вместе с тем, исследования в этом направлении ограничиваются поверхностной закалкой низкоуглеродистых и инструментальных углеродистых сталей, а также поверхностной цементацией, нитроцементацией, борированием, сульфидированием и азотированием низкоуглеродистых и низколегированных конструкционных сталей, инструментальных сталей и нержавеющей сталей [21-23]. Кроме того, весьма мало сведений о трибологических характеристиках сталей, обработанных электролитно-плазменной закалкой.

Так, внедрение процессов электролитно-плазменного упрочнения в производство невозможно без обобщения результатов исследований и производственного опыта, научного обоснования закономерностей формирования фазового состава, структуры и свойств модифицированного поверхностного слоя, обеспечивающих получение требуемых эксплуатационных характеристик деталей. Поэтому, требуется системный анализ всей совокупности факторов, влияющих на долговечность стальных изделий на основании комплекса исследований структуры, твердости, изгибной и контактной прочности, противозадирной стойкости, структурной стабильности, износостойкости и шероховатости поверхности. Решение данной задачи является актуальным и позволит значительно расширить области применения технологии электролитно-плазменного упрочнения.

В настоящее время разработаны различные технологии модификации поверхности металлов и сплавов на основе электролитно-плазменного метода: оксидирование [24], полировка [25], диффузионное насыщение азотом [26], углеродом [27, 28], бором [29], многокомпонентное насыщение [30, 31] и поверхностная закалка [32]. Среди них, особый интерес представляет электролитно-плазменный нагрев и охлаждение (поверхностная закалка) [32-35]. Однако, литературный анализ показал, что весьма мало сведений о структурно-фазовых состояниях и трибологических характеристиках сталей, обработанных электролитно-плазменной закалкой, а также о физических процессах, определяющих формирование состава, структуры и свойств модифицированного слоя, при электролитно-плазменном упрочнении (поверхностной закалке).

Первая работа по электролитно-плазменной технологии термической обработки была опубликована в 1947 году [36], однако сама технология не получила широкого применения. Основной причиной этого служила нестабильность процессов образования плазменного слоя между жидким электродом и твердой электропроводной поверхностью.

При электролитно-плазменной закалке нагрев и охлаждение детали проходит в электролите на водной основе. Электрический ток пропускается по электролиту от поверхности металлического анода к изделию-катоде. Изделия упрочняют погружением упрочняемой поверхности под слой электролита.

На рисунке 1.1 показаны типичные схемы электролитно-плазменных нагревателей, которые образуют в межэлектродной области различного типа плазменный слой.

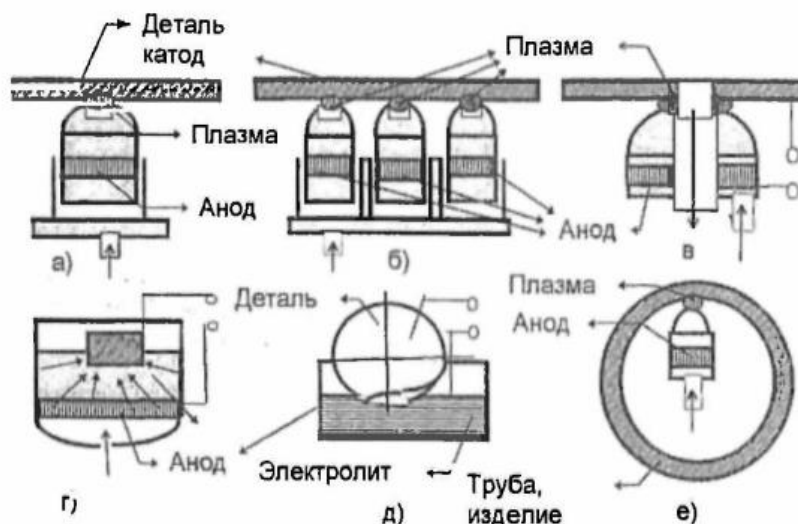


Рисунок 1.1 – Схема технологических устройств для электролитно-плазменного упрочнения: а), б), в) плоской поверхности; г) торца детали; д) диска пилы; е) поверхности внутри цилиндра [37]

Для упрочнения внешней поверхности буровой штанги или плоской поверхности листа нагреватель выполнен в виде цилиндрического сопла с конусной насадкой из диэлектрического материала (рисунок 1.1 а,б). Плазменный слой на границе жидкий электрод и поверхность изделия имеет

форму плоского диска. Обработку можно осуществлять одновременно 2-6 нагревателями. Для упрочнения отверстия разработаны нагреватели, где выполнен сток электролита через осевое отверстие (рисунок 1.1в). Плазменный слой имеет форму плоского кольца. Нагрев торца детали, например, втулки осуществляется погружением ее поверхности в чашку-анод, заполненную электролитом (рисунок 1.1г). Плазменный слой имеет форму упрочняемой поверхности, которая погружена в электролит. Периферию детали типа пила или диск упрочняют с использованием нагревателя, который подводится снизу изделия (рисунок 1.1е). Упрочнение внутренней поверхности цилиндра осуществляется малогабаритным нагревателем, который вводится внутрь изделия (рисунок 1д).

1.2 Физико-химические основы электролитно-плазменного упрочнения

Важным преимуществом электролитно-плазменного упрочнения является использование его для закалки сталей путем отключения напряжения и охлаждения их в том же электролите без повторного нагрева. Закалка осуществляется различными способами с использованием печей, лазеров, электронных пучков, токов высокой частоты, плазмы, электролитов и т.д.

В настоящее время закалка остается простым и недорогим методом, широко используемым для повышения поверхностной твердости. Нагрев заготовок для закалки может осуществляться излучением в печах, током высокой частоты, лазером или электронными лучами и др. Эти процессы различаются по скорости нагрева, возможности создания контролируемой атмосферы или вакуума, а также методу охлаждения в закалочной среде. Электролитно-плазменное упрочнение характеризуется определенными отличительными особенностями, имеющими свои достоинства и недостатки. Электролитно-плазменное упрочнение может осуществляться при анодной или катодной полярности заготовки, путем подачи струи электролита на поверхность заготовки, а также путем ее погружения в электролит, с использованием импульсного или постоянного напряжения.

Плазменный электролиз условно рассматривается как состояние парогазовой смеси, окутывающей электрод. Как правило, такую смесь называют парогазовой оболочкой (ПГО) электропроводности, обусловленной электрическими разрядами [38] или переносом эмиссии анионов из кипящего электролита на анод [39, 40]. Некоторое количество электрической энергии высвобождается в ПГО, где электрическое сопротивление максимально. Именно эта оболочка является основным источником тепла, передаваемым электроду и электролиту [41, 42]. Температура нагретой заготовки определяется основными факторами, к которым относятся приложенное напряжение, его размеры, температура электролита и скорость потока электролита.

Температура обработки, измеренная термопарой в любом месте заготовки, адекватно характеризует процесс только в случае равномерного нагрева, в частности, при обработке относительно небольших деталей. Распределение

температуры на поверхности объемной детали является неоднородным и зависит в первую очередь от состояния гидродинамики в рабочей камере. Далее будут рассмотрены основные факторы нагрева в относительно простых условиях при постоянном напряжении в цилиндрических рабочих камерах.

Напряжение. В случае катодного нагрева зависимость температуры образца от напряжения линейно возрастает [43, 44]. Зависимость анодной температуры от напряжения имеет максимум. На рисунке 1.2 показаны температурно-напряженные характеристики нагрева стальных образцов [45, 46]. Рост напряжения приводит к повышению температуры из-за увеличения мощности, рассеиваемой в ПГО. Этот факт подтверждается измерением мощности, при котором ток всегда уменьшается с увеличением напряжения из-за сгущения ПГО (рисунок 1.3).

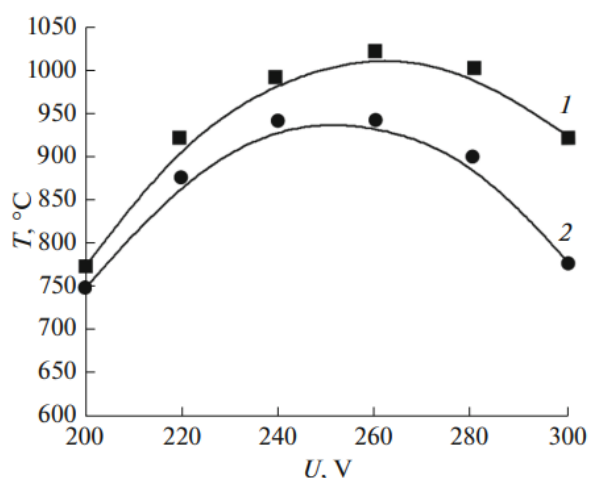


Рисунок 1.2 – Температурно-напряженные характеристики анода нагрева в растворе хлорида аммония (10 мас. %) [45]

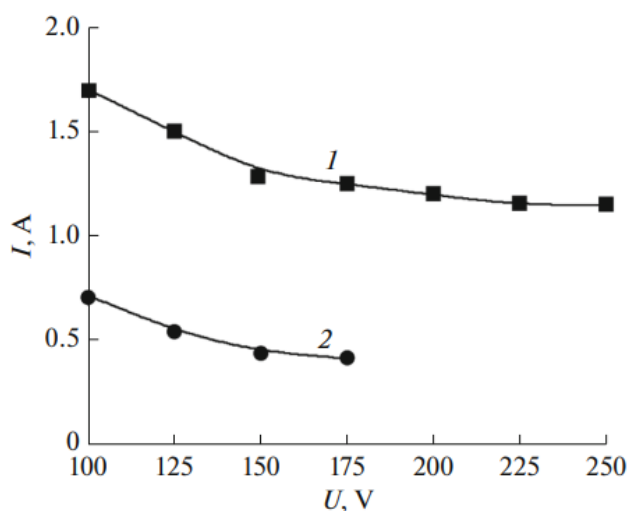


Рисунок 1.3 – Токо-напряженные характеристики нагрева анода в растворе хлорида аммония (10 мас. %). Цилиндрические образцы ($\Phi 10 \times 25$ мм) из среднеуглеродистой стали (0,45 % C), погруженные на глубину (мм): (1) 0; (2) 45 [45]

Когда напряжение превышает 300 В, стационарный нагрев разрушается, и температура образца снижается до 200-300 °С по неизвестным причинам. Существует предположение о появлении импульсных электрических разрядов в ПГО при напряжениях выше 260 В [47]. Эти разряды могут вызывать разбрызгивание электролита и охлаждение образца нагретого каплями жидкости.

Скорость нагрева. Толщина ПГО составляет доли миллиметра. Время нагрева ПГО составляет несколько секунд [47]. Деталь, погруженная в электролит, окружена оболочкой. Скорость нагрева детали зависит от их размеров и приложенного напряжения, они варьируются от 10 до 150 °С/с [48]. Период нагрева порошкового железо-графита более длительный из-за его более низкой теплопроводности [49]. Тем не менее, электролитно-плазменное упрочнение можно рассматривать как высокоскоростной процесс продолжительностью несколько минут.

На первом этапе нагрева наблюдается повышение температуры ПГО и, вероятно, стабилизацию его толщины [48]. Температура образца растет гораздо медленнее, поэтому разница температур между ПГО и образцом увеличивается, а также увеличивается плотность теплового потока к образцу. Второй этап наступает после стабилизации температуры ПГО. Образец нагревается, поэтому указанная выше разность температур и плотность теплового потока уменьшаются. Третий этап соответствует достижению устойчивого состояния всей системы. Время нагрева ПГО при таких условиях составляет 35-40 с. При напряжении до 200 В, увеличение концентрации электролита приводит к уменьшению времени нагрева образца. При более высоких напряжениях такой зависимости не наблюдается.

Размер образца. Катодный нагрев в растворе карбоната натрия показывает, что температура цилиндрических образцов при 130-150 В снижается при увеличении диаметра образца, но растет при их более глубоком погружении [50]. Ток возрастает пропорционально площади контакта электрода с электролитом. Соответственно, растет и мощность, подводимая к ПГО. Аналогичные результаты получены в случае анодного нагрева. Например, увеличение диаметра образца диаметра с 4 мм до 10 мм приводит к снижению температуры с 950°С до 830°С (в случае нагрева в растворе хлорида аммония 15 % вес. при 200 В) [51]. Чем глубже погружение, тем выше температура образца. Эти закономерности объясняются условиями теплообмена в нагретых образцах. Углубление погружения способствует некоторому увеличению тока и, следовательно, подвода энергии в ПГО, в то время как условия теплообмена от выступающей части образца над электролитом в атмосферу остаются неизменными. При большем диаметре образца, участок теплопередачи в атмосферу становится значительно больше, чем поверхность подвода тепла от ПГО к образцу, что приводит к снижению его температуры.

Длина части образца, погруженной в электролит, влияет либо на температуру образца, либо на ее распределение по нагретой поверхности [52]. Этот факт связан с неравномерным вертикальным распределением плотности

тока. Толщина ПГО увеличивается монотонно в вертикальном направлении вверх, а локальная плотность тока, соответственно, уменьшается.

Когда глубина погружения цилиндрического образца более 5-10 мм, тепловыделение в оболочке растет, однако, доля тепла поступающего на анод, уменьшается. При обработке более длинных образцов ПГО нагревает только их нижнюю часть. Дополнительное тепло, выделяемое при более глубоком погружении образца, переходит в электролит. Теплопередача тепла внутри детали благодаря присущей ей тепловой проводимости вызывает выравнивание температуры и приводит к оттоку тепла из верхних частей заготовки в прилегающие области ПГО. Таким образом, при более глубоком погружении образца, приточный тепловой поток остается неизменным, что определяется длиной выступающей над электролитом детали и условиями конвективного теплообмена над электролитом. В этом случае плотность теплового потока от ПГО в образец будет уменьшаться расширением площади контакта с оболочкой (рисунок 1.4).

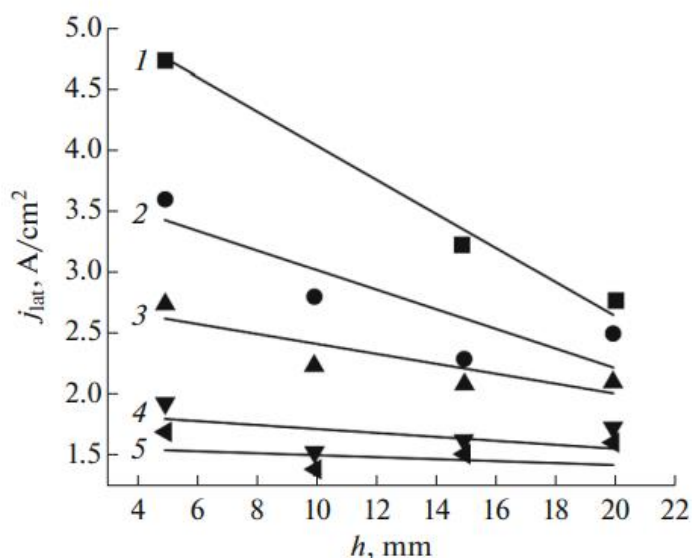


Рисунок 1.4 – Зависимость средней плотности тока через боковую поверхность нагретого цилиндрического образца (сталь с 0,2% С, $\varnothing \times 30$ мм) от глубины его погружения в электролит [52]

Температура электролита. В катодном процессе нагревание раствора карбоната натрия от 25 до 45 °С приводит к повышению температуры образца с 900 до 1100 °С, а ток уменьшается со 100 до 70 А [53]. Далее нагревание раствора от 45 до 70 °С не приводит к изменению температуры катода. Но когда температура электролита превышает 70 °С, ПГО становится нестабильным, ток колеблется, а электролит разбрызгивается. Следовательно, температура электролита 40-60 °С является оптимальной [54].

Можно предположить, что парообразование уменьшается при низкой температуре электролита. Толщина ПГО уменьшается, но электрические разряды увеличиваются, что приводит к разбрызгиванию электролита и охлаждению образца. Нагрев электролита способствует интенсификации

пропаривания, ПГО становится толще, ток уменьшается, разряды ослабевают, и образцы охлаждаются каплями раствора. Нагрев электролита выше 70°C дестабилизирует ПГО из-за очень интенсивного пропаривания.

В случае анодного процесса повышение температуры электролита приводит к снижению температуры образца [55]. Максимальная температура платинового образца, нагретого в растворе гидроксида натрия соответствует температуре электролита 39 ± 3 °C; минимальная температура образца была достигнута при 89 ± 2 °C электролита, а средняя температура образца 66 ± 4 °C. На рисунке 1.5 показана зависимость температур анода и электролита. Кривая 1 получена для стального образца ($\varnothing 1 \times 10$ мм), нагретого в водном растворе аммония хлорида (13 мас. %) при 200 В [56]. Кривая 2 описывает стальные образцы ($\varnothing 10 \times 30$ мм), нагретые в водном растворе нитрата аммония при 200 В [43] растворе нитрата аммония (20 мас. %) при 150 В [44]. Аналогичные результаты получены при различных условиях где зависимость между температурой образца и электролитом является линейной [49].

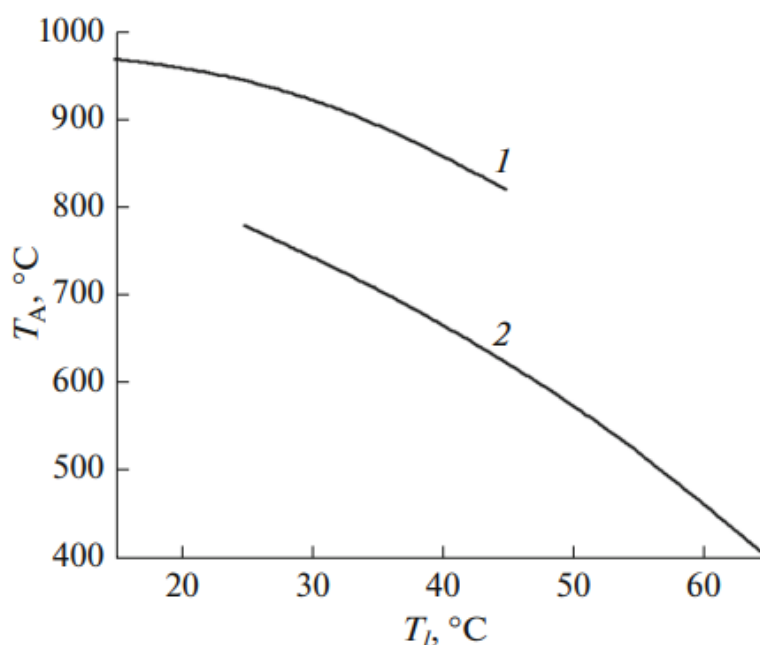


Рисунок 1.5 – Влияние температуры электролита на температуру образца: (1) [40]; (2) [44]

Эти зависимости объясняют расширение ПГО вследствие нагрева электролита. Чем выше температура электролита вблизи ПГО, тем большая доля электролита будет испаряться. В результате, электрическое сопротивление ПГО увеличивается, ток уменьшается, и мощность, подводимая к ПГО, снижается.

Состав электролита. Одним из сложных факторов, включающий множество характеристик: проводимость, вязкость, окислительная способность и т.д., которые по-разному влияют на теплообмен является состав электролита. В настоящее время предложено множество составов электролитов, предпочтительно водных растворов, но их влияние на характеристики нагрева не было достаточно изучено. Катодная обработка требует несколько меньшую

проводимость раствора для предотвращения преобразования тлеющего разряда в дуговой. Для катодного упрочнения часто используется водный раствор карбоната натрия. Для анодного нагрева необходим электролит с высокой проводимостью, кроме того, он должен содержать только компоненты с низкой температурой сублимации. Вне электролита взаимодействие ионов противоположных знаков уже не ослабляется гидратацией, что приводит к кристаллизации растворенного вещества когда температура его сублимации превышает температуру ПГО. Во время анодного ЭПУ в растворах хлорида натрия, сульфата или карбоната поверхность образца постепенно покрывается раствором, что приводит к уменьшению тока и температуры вплоть до прекращения процесса [57, 58]. Наиболее подробно изучены электролиты, содержащие хлорид аммония.

Существуют определенные добавки к составу электролита, в частности, изоамиловый спирт, которые позволяют значительно снизить плотность тока и потребляемую мощность. На рисунках 1.6 и 1.7 представлены характеристики ток-напряжение и температура-напряжение образцов, нагретых в различных электролитах, что позволяет выявить ряд закономерностей [59]. Добавление изоамилового спирта к 10%-ному раствору хлорида аммония всегда снижает как температуру нагрева, так и плотность тока. Более того, содержание изоамилового спирта 2 мас. % приводит к нарушению режима нагрева. Этот факт может быть объяснен характером контакта между электролитом и образцом.

Присутствие глицерина (10%) в растворе хлорида (10%) еще больше снижает плотность тока. Глицерин и изоамиловый спирт похожи на поверхностно-активные вещества. Их влияние на плотность тока может быть объяснено армирующим эффектом на поверхности электролита. Слой их молекул препятствует выделению анионов из электролита и их переносу в ПГО, что снижает плотность тока. Наблюдаемый эффект усиливается при увеличении вязкости раствора за счет присутствия глицерина, который замедляет поступление анионов электролита в ПГО. Влияние глицерина на поверхностное натяжение раствора значительно слабее, чем у изоамилового спирта, поэтому срыв режима нагрева не наблюдается в электролите, содержащем глицерин и изоамиловый спирт в любой концентрации. Добавление изоамилового спирта к электролиту содержащего глицерин с хлоридом аммония приводит к увеличению плотности тока (рисунок 1.7), в то время как нагретый температура образца остается 950°C, что вполне достаточно для науглероживания сталей. Если концентрация глицерина составляет 10 мас %, то максимально допустимая концентрация изоамилового спирта составляет 1,5 мас. %. Следует отметить, что добавление глицерина и других компонентов может повлиять на распределение теплового потоков от ПГО к заготовке и электролиту. Увеличение доли тепла, передаваемого образцу может быть связано с уменьшением теплового плотности теплового потока на границе раздела ПГО-электролит. Добавление глицерина, который увеличивает вязкость раствора, увеличивает толщину теплового пограничного слоя на границе раздела электролит-ПГО. Чем толще этот слой, тем меньше температурный градиент температуры на границе между

электролитом и ПГО будет действовать. Следовательно, приведенная выше плотность теплового потока пропорциональная этому градиенту, будет уменьшаться.

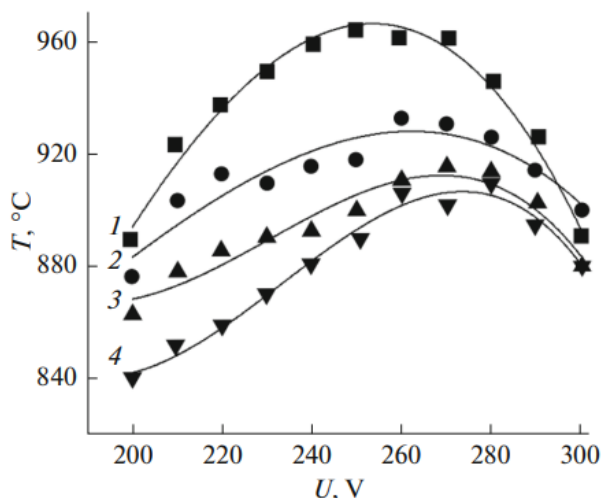


Рисунок 1.6 – Температурно-напряженные характеристики нагрева анода в растворе хлорида аммония (10 мас. %) с добавкой изоамилового спирта (мас. %): (1) 0; (2) 0,5; (3) 1,0; (4) 1,5 [47]

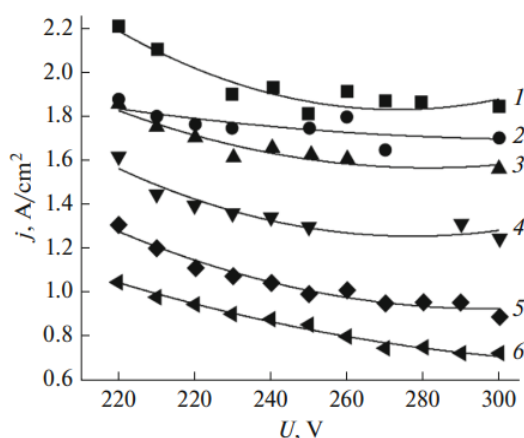


Рисунок 1.7 – Токо-вольтажные характеристики нагрева анода в растворе, содержащем хлорид аммония (10 масс. %), глицерин и изоамиловый спирт: концентрация глицерина (мас. %) - 0 (1-4) и 10 (5-6); концентрация изоамилового спирта (мас. %) - 0 (1,6), 0,5 (2,5), 1,0 (3) и 1,5 (4) [47]

1.3 Структурные и фазовые превращения в сталях при термическом воздействии

Фазовые и структурные превращения, происходящие при термической обработке сталей, осуществляются различными механизмами. В ходе превращений может изменяться кристаллографическая структура, фазовый состав, морфология и распределение структурных составляющих, размер зерна и другие параметры, что влияет на физико-механические свойства. Получить необходимые заданные свойства сталей и сплавов можно несколькими способами: созданием новых сплавов или изменением системы легирования

имеющихся составов, путем совершенствования режимов термообработки, а также применением методов внешнего воздействия. Разного рода внешние воздействия давление, сдвиговые напряжения в твердых телах, магнитные поля, облучение оказывают влияние на фазовые переходы. Их влияние сводится как к изменению температуры превращения, теплоты перехода и других характеристик, определяющихся чисто термодинамическими факторами, так и к изменению скорости превращения. Внешние воздействия представляют интерес не только как средства, с помощью которых можно целенаправленно регулировать конечную структуру и свойства сталей, но и как метод исследования фазовых превращений для выяснения их физической сущности и основных закономерностей. В связи с этим проведение исследований по изучению влияния различных внешних воздействий на структурные и фазовые превращения в легированных сталях и сплавах является актуальной задачей [60].

Структурные превращения при термической обработке. Термическая обработка заключается в нагреве до определенной температуры, выдержке и охлаждении с целью изменения внутреннего строения и свойства. Конечные свойства закаленной зоны зависят от скорости и температуры нагрева, времени выдержки в нагретом состоянии, от закона охлаждения. При лазерной закалке так же, как и при других методах интенсивного нагрева, кинетика $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения лимитируется диффузией углерода, что приводит к необходимости введения понятия сдвига критических точек температуры фазового перехода. В зависимости от структурного состояния (плотности дефектов, дисперсности и морфологии фаз) реальные температуры фазовых превращений отличаются от указанных на равновесной диаграмме состояний Fe - C. Перегрев над точкой равновесия фаз переводит систему в метастабильное состояние, и возникают зародыши высокотемпературной фазы (аустенита) без подготовительного инкубационного периода. Так как процесс образования аустенита является эндотермическим, кинетика превращений может реализовываться лишь в той мере, в какой условия теплопередачи позволяют передавать необходимое количество энергии к месту появления или роста зародыша новой фазы. При лазерном нагреве в каждом микроскопическом объеме металла термический цикл описывается своей термической кривой $T = T(t)$. Первые зародыши аустенита появляются в момент t_{a1} , когда температура $T(t_{a1})$ достигает равновесной температуры перехода A_{cl} . Завершение аустенизации происходит через некоторое время Δt , в момент $t_a = t_{a1} + \Delta t$, и при этом температура аустенизации $T_a(t_a) = A_{cl} + \Delta T$. Таким образом, критическая точка аустенизации при быстром нагреве металла характеризуется временем протекания диффузионных процессов Δt и перегревом ΔT относительно равновесной температуры перехода. Чем больше средняя скорость нагрева $V_n = \Delta T / \Delta t$, тем быстрее происходит ее $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение (Δt уменьшается) и тем выше смещается критическая точка перехода (ΔT увеличивается). Корректное описание процесса аустенизации при скоростном нагреве предполагает совместное решение тепловой и диффузионной задач с учётом характерных особенностей реального процесса диффузии углерода в стали (в частности, с

учётом объёмных конфигураций различных фаз в микроструктуре, с диффузией углерода во всех фазах и движением границ фаз, с изменением коэффициента диффузии во времени и пространстве и др.). Сущность закалки состоит в бездиффузионном превращении при быстром охлаждении гранцентрированной кубической решетки аустенита в искажённую объёмно-центрированную кубическую решетку мартенсита. Характерными особенностями мартенсита являются его высокая твердость и прочность, с одной стороны, и низкая пластичность и склонность к хрупкому разрушению, с другой стороны. Мартенсит по сравнению с другими структурными составляющими стали и особенно с аустенитом имеет наибольший удельный объем, что является одной из основных причин возникновения при закалке больших внутренних напряжений, вызывающих деформацию изделий или даже появление трещин. Превращение аустенита в мартенсит не идёт до конца, поэтому в закаленной стали наряду с мартенситом всегда присутствует в некотором количестве остаточный аустенит. Аустенит при охлаждении ниже температуры A_1 становится метастабильным и превращается в более стабильные структуры. При небольшой скорости охлаждения образуется перлит, при большей скорости - сорбит, затем троостит; наконец, при некоторой высокой скорости охлаждения (называемой критической скоростью закалки) перлитный распад аустенита становится вообще невозможным и весь аустенит переохлаждается до точки M_n . Данные о температурных интервалах протекания фазовых превращений при непрерывном охлаждении и об образующихся при этом структурных составляющих приводятся на так называемых термокинетических диаграммах [61-72].

Структурные превращения при лазерном упрочнении. Если рассмотреть поперечное сечение упрочнённой лазерным излучением дорожки, то в нем можно выделить несколько основных зон (рисунок 1.8): зону оплава (зону закалки из жидкого состояния), зону закалки, зону отпуска и исходную структуру материала. В ряде частных случаев некоторые из этих зон могут отсутствовать (например, может отсутствовать зона оплава при закалке без оплавления поверхности или зона отпуска при закалке предварительно отожжённого металла) [73].

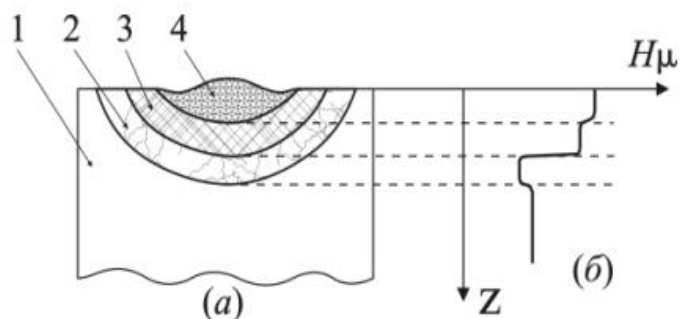


Рисунок 1.8 – Схема поперечного сечения зоны лазерной обработки (а) и распределения микротвердости по глубине зоны обработки (б): 1 - исходный металл, 2 - зона отпуска, 3 - зона закалки, 4 - зона закалки из жидкого состояния [73]

Температуры поверхностей чугуна и стали должны быть постоянными и близкими к $T_{пл}$, поэтому оказалось возможным оценить влияние длительности воздействия τ излучения на структуру и твердость чугунов и сталей, что представляется важным с точки зрения оптимизации технологического процесса закалки без оплавления поверхности [74]. Так, при изменении τ для чугуна СЧ21 в пределах 0,16-1,2 с скорость охлаждения нагретого объема металла превышала критическую скорость закалки [75], о чем свидетельствует характер полученных в зоне лазерного воздействия структур и их твердость. Из результатов работы [61] следует, что на соотношение аустенитной и мартенситной составляющих в чугуне СЧ21 в структуре зоны лазерного воздействия существенное влияние оказывает длительность воздействия излучения. С увеличением τ в приповерхностном слое и в глубине зоны лазерного воздействия появляются отдельные участки остаточного аустенита с микротвердостью $H_{100}=500-560$ кгс/мм². В глубинных областях зоны лазерного воздействия аустенит локализуется вокруг включений фосфидной эвтектики, т.е. в наиболее обогащенных углеродом участках. Структурная неоднородность по глубине зоны лазерного воздействия, возникающая при увеличении τ , сопровождается неравномерным распределением твердости. На кривой микротвердости, соответствующей $\tau = 1,2$ с, имеются «провалы», связанные с попаданием индентора прибора ПМТ-3 на аустенитные участки. Наблюдаемое увеличение количества остаточного аустенита с ростом τ , по-видимому, связано с большим насыщением твердого раствора углеродом.

Эксперименты по упрочнению образцов из стали У10 с исходной перлитной структурой позволили проследить изменение структуры в ЗЛВ при увеличении времени воздействия лазерного излучения при температуре поверхности, близкой к $T_{пл}$, при всех исследуемых режимах. Так, при режимах облучения со скоростью обработки $>1,2$ см/с в зоне лазерного воздействия получены структуры закалки, характеризующиеся однородностью по глубине, состоящие из аустенита, мартенсита и карбидов. Микротвердость (рисунок 1.9) в зоне лазерного воздействия находится при этом на уровне $H_{100} = 860-900$ кгс/мм². На границе с исходной структурой наблюдаются мелкие участки троостита, не образующие сплошной зоны. Характерной особенностью структуры зоны лазерного воздействия стали У10, обработанной при $v = 1,15$ см/с и менее, является наличие переходной зоны, состоящей из троостита. Ширина ее (от первых участков троостита) увеличивается при возрастании длительности воздействия излучения и составляет, по данным металлографического анализа, 45 % от общей глубины ЗЛВ при скорости обработки $v = 0,3$ см/с. Оценки скорости охлаждения показывают, что при режимах с $v \sim 1,2$ см/с она оказывается меньше критической, что хорошо согласуется с данными металлографического анализа [61].

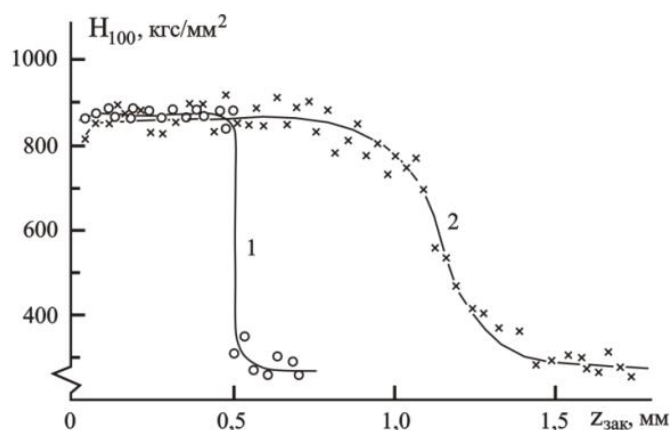


Рисунок 1.9 – Распределение микротвердости по глубине зоны лазерного воздействия для стали У10 [61]

Структурные превращения при химико-термической обработке. Авторами Попова Н.А., Ерыгина Л.А., Скаков М.К. и др. исследовалось структурное состояние стали 34ХН1М методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии. Изучение образцов проводилось в двух состояниях: до модификации (исходное состояние) и после азотирования. Электролитно-плазменная обработка проводилась азотированием в азотосодержащем водном растворе в течение 5 минут при температуре 600 °С. Исследования выполнены на тонких фольгах с помощью электронного микроскопа ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа выбиралось равным от 8000 до 50000 крат. Было установлено, что в исходном состоянии структура стали представляет собой: пластинчатый перлит, феррито-карбидную смесь и фрагментированный феррит. Пластинчатый перлит присутствует в виде практически идеального и фрагментированного. Идеальный (или практически идеальный) пластинчатый перлит представляет собой чередующиеся параллельные пластины α -фазы (феррита) и цементита, расположенные на кратных расстояниях друг от друга. Фрагментированный перлит (или первично фрагментированный перлит) представляет собой структуру, в которой перлитные колонии в основном сохраняются. Объемная доля перлита составляет 35% (идеального – 10%, фрагментированного – 25%).

Феррито-карбидная смесь фактически представляет собой вторично фрагментированный перлит, т.е. разрушенные перлитные колонии. Образуются изотропные фрагменты α -фазы, границы которых частично окаймлены цементитом. Цементит располагается не только по границам фрагментов, но и в их стыках. Объемная доля этой морфологической структуры в материале составляет ~45%. Фрагментированный феррит представляет собой изотропные фрагменты α -фазы. Ни по границам фрагментов, ни в их стыках цементит не обнаруживается. Тем не менее, направленность фрагментов α -фазы сохраняется по типу перлитных колоний. Объемная доля этой структуры составляет в материале 20%. Азотирование образца привело к тому, что морфология тонкой структуры представлена пластинчатым нефрагментированным перлитом (45%)

и фрагментированным ферритом (55%). Детальное исследование структуры пластинчатого нефрагментированного перлита показало, что он находится после азотирования в трех состояниях. Первое состояние (15%) – практически идеальный пластинчатый перлит (рисунок 1.10а). Второе состояние (10%) – пластинчатый перлит с разрушенными пластинами цементита (рисунок 2б). И третье состояние (20%) – дефектный пластинчатый перлит (рисунок 1.10в). Дифракционный анализ показал, что во всех состояниях кроме легированного цементита M_3C присутствуют частицы фазы Fe_3Mo_3N . Отличие состоит лишь в том, что в первом и втором состояниях частицы фазы Fe_3Mo_3N присутствуют в α -фазе на дислокациях, образуя крапчатый контраст, а в третьем состоянии они находятся внутри пластин цементита. Частицы, расположенные на дислокациях, обладают округлой формой. Средний размер частиц в обоих состояниях одинаков и равен 12 нм. Объемная доля их в α -фазе в каждой составляющей имеет величину $\sim 1\%$. Частицы фазы Fe_3Mo_3N , расположенные внутри пластин цементита, также обладают округлой формой, но средний размер их крупнее (25 нм). Объемная доля их внутри пластин цементита третьей составляющей нефрагментированного перлита составляет 3%.

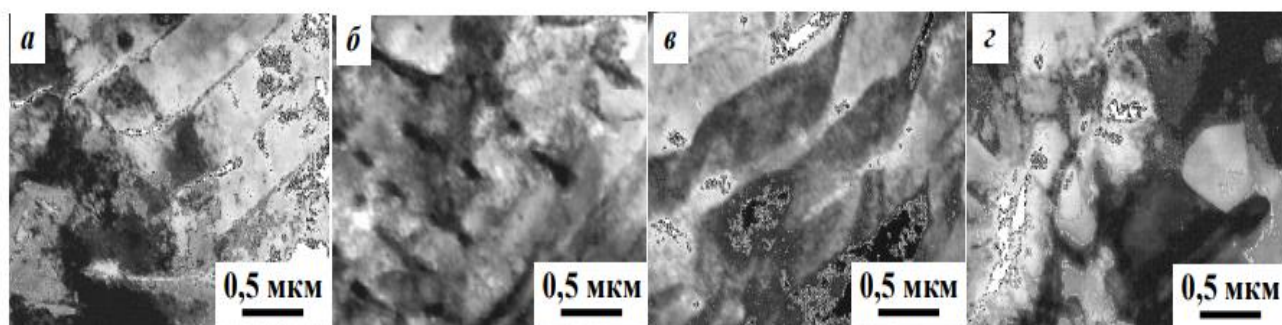


Рисунок 1.10 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34ХН1М после азотирования: а – практически идеальный пластинчатый перлит (первое состояние нефрагментированного перлита), б – пластинчатый перлит с разрушенными пластинами цементита (второе состояние нефрагментированного перлита), в – дефектный пластинчатый перлит (третье состояние нефрагментированного перлита), г – фрагментированный феррит

Фрагментированный феррит – это вторая составляющая структуры в азотированной стали 34ХН1М (рисунок 1.10г). Как и в исходном состоянии, эта структура представляет собой изотропные фрагменты. Проведенный дифракционный анализ показал, что во фрагментированной структуре феррита присутствуют частицы трех фаз, а именно, нитрида Fe_3Mo_3N , карбонитрида $Cr_2C_{0.61}N_{0.39}$ и легированного цементита M_3C . Частицы нитрида Fe_3Mo_3N обладают округлой формой и расположены внутри фрагментов на дислокациях, а также на границах фрагментов. Средний размер частиц Fe_3Mo_3N , находящихся как внутри, так и на границах фрагментов, составляет 20 нм, объемная доля во фрагментированном феррите также как внутри, так и на границах фрагментов, составляет 1,5%. Частицы карбонитрида $Cr_2C_{0.61}N_{0.39}$ располагаются на границах и в стыках фрагментов, имеют неправильную форму, большей по сравнению с

частицами фазы Fe_3Mo_3N размер ($\langle d \rangle = 150$ нм). Объемная доля их во фрагментированном феррите составляет 2%.

Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии авторами выполнено исследование фазового состава поверхностного слоя стали 34ХН1М после электролитно-плазменного азотирования. Установлено, что азотирование приводит: 1) к изменению морфологических составляющих матрицы стали, 2) к новому выделению вторичных фаз: карбонитрида $Cr_2C_{0.61}N_{0.39}$ и нитрида Fe_3Mo_3N [76-80].

Структурные превращения при поверхностной закалке электролитно-плазменным воздействием. Электролитно-плазменная закалка, также называемая электролитно-плазменное поверхностное упрочнение это один из способов скоростного нагрева, при котором обрабатываемая деталь является катодом или анодом относительно водного электролита.

В 90-е годы XX века ученые Института электросварки им. Е.О. Патона под руководством доктора технических наук Тюрина Ю.Н. разработали способ электролитно-плазменной закалки, который позволяет закалывать изделия, изготовленные из углеродистой стали [81, 82]. Температура поверхностного слоя катода-изделия (рисунок 1.11), при напряжении 300 В за 10 с достигает $1400^\circ C$ (кривая 1 рисунок 1.11).

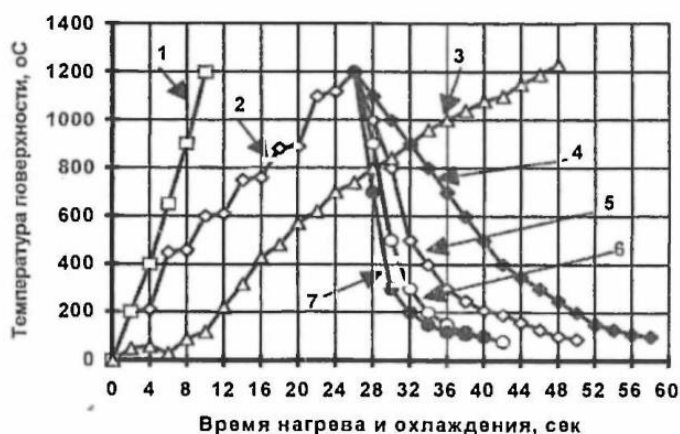


Рисунок 1.11 – Температура нагрева изделия при напряжении: 1 – 320 В, 2 – $200 \times 320 \times 30$ В, 3 – 220 В; охлаждение при напряжении: 4 – 60 В, 5 – 40 В, 6 – 20 В, 7 – 0 В [83]

При периодическом переключении потенциала 300 В на 220 В скорость нагрева снижается и температура поверхности $1400^\circ C$ достигает через 30 с (кривая 2, рисунок 1.11). При напряжении 220 В нагрев поверхности катода имеет не стабильный участок в течение 5... 15 с, а затем стабилизируется и температура $1200^\circ C$ достигается за 50 с (кривая 3, рисунок 1.11). При низком напряжении в начальный момент времени в электрической цепи происходит колебания тока ($J_k = 5...60$ А/см²), которые продолжаются до нагрева приграничного к катоду слоя электролита. Образуется приповерхностный парогазовый слой с относительно небольшой электропроводностью $G = 0,5...0,7$ ом⁻¹м⁻¹. Ток падает до номинального значения, $J = 5,8$ А/см². Время неустойчивости, до образования устойчивого плазменного слоя, зависит от

напряженности электрического поля. При низкой напряженности (160...240 В) неустойчивость может длиться десятки секунд и только с нагревом поверхности катода возможен переход в пятую область вольтамперной характеристики. При высокой напряженности (260.. 320 В), неустойчивость при образовании плазменного слоя сокращается до десятой части секунды. Скорость нагрева достигает 150 °С/с на поверхности образца (рисунок 4, кривая 1). Периодическое изменение напряженности электрического поля обеспечивает периодический переход электролитно-плазменного процесса обработки с пятой к четвертой области вольтамперной характеристики. Это позволяет чередовать высокие скорости нагрева поверхности с низкими и в результате получить среднюю скорость 30.. 50 °С/с (рисунок 1.11 кривая 2). В зависимости от скорости нагрева можно получить толщины закаленного слоя 0,5 мм, 1,5 мм, 4 мм, 6 мм, 7 мм, 8 мм и 9 мм. Нагрев осуществлялся при периодическом включении высокого напряжения $U=320$ В на 2 с и переключение на 200 В. Время включения 200 В составляет 4 с. При суммарном времени нагрева равном 30 с толщина закаленного слоя составляет 4 мм. Суммарный нагрев в течение 70 с обеспечивает толщину закаленного слоя 9 мм. Охлаждение поверхностного слоя можно осуществлять при пониженной напряженности электрического поля, что позволяет управлять скоростью охлаждения, (рисунок 4, кривые 4, 5, 6, 7) и создает возможность закаливать изделия изготовленные из углеродистой стали [83, 84].

Изучением влияния электролитно-плазменного поверхностного упрочнения на структуру и свойства сталей занимались другие ученые. Однако, известные способы электролитно-плазменной закалки, разработанные авторами [85-88] способ имел недостаток, связанный с низкой скоростью нагрева, что не обеспечивает модифицированную структуру, характерную для поверхностной закалки лазерным лучом и электронным пучком. Например, в работах [85-86] указано, что при электролитно-плазменном упрочнении скорости нагрева заготовок зависят от их размеров и приложенного напряжения и они варьируются от 10 до 150 °С/с. А авторы работ [87-91] утверждает, что скорость нагрева при электролитно-плазменное упрочнение не превышает 200 °С/сек.

Одним из проблем, издерживающих широкое применения традиционного катодного процесса электролитно-плазменного упрочнения (поверхностная закалка) являлось ограничение скорости нагрева, что не позволяло управлять структурой модифицированного поверхностного слоя. Кроме того, литературный анализ показал, что весьма мало сведений о структурно-фазовых состояниях и трибологических характеристиках сталей, упрочнённых (закаленных) в электролитной плазме, а также о физических процессах, определяющих формирование состава, структуры и свойств модифицированного слоя, при электролитно-плазменном упрочнении (поверхностной закалке). Причем экспериментальные данные недостаточно систематизированы в литературе и, часто, весьма противоречивы.

Решением вышеизложенных задач занимается научная группа под руководством Рахадилова Б.К. Проведенные ими исследования [92-97] показали,

что путем выбора оптимального состава электролита и технологических режимов можно повысить скорость традиционного катодного нагрева до 400-500 °С/сек, что позволяет применить электролитно-плазменное упрочнение вместо лазерного упрочнения. Повышение скорости нагрева дало возможность разработать способ электролитно-плазменного упрочнения локальных участков поверхности изделий. Например, был разработан способ и оптимальный режим электролитно-плазменной поверхностной закалки деталей железнодорожного транспорта из литых сталей 20ГЛ и сталь марки 2.

Был получен патент по упрочнению материала железнодорожного бандажа из колесной стали марки 2 [98]. Данный способ осуществляют следующим образом. Обрабатываемое колесо устанавливают над электролитической ячейкой и вращают с линейной скоростью 10-12мм/с. Электролит из водного раствора, содержащий 10 % карбамида $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ + 20 % карбоната натрия Na_2CO_3 из теплообменника подают насосом в электролитическую ячейку. Из электролитической ячейки использованный электролит обратно подают в теплообменник. Упрочнение осуществляют в следующих режимах: напряжение $U = 300 \text{ В}$, сила тока $I = 40 \text{ А}$, обрабатываемую часть колеса при линейной скорости вращения 10-12мм/с выдерживают в плазменном слое не менее 2 секунд с последующим охлаждением в постоянно циркулирующем электролите. Расстояние между анодом и катодом 70-80 мм. При данном способе упрочнения остается нетронутой сердцевина и получается равномерно распределенный гетерофазный слой, обеспечивающий повышение износостойкости, улучшение механических характеристик обрабатываемой детали.

Однако, данный способ плазменно-электролитического поверхностного упрочнения не позволяет обрабатывать детали сложной конфигурации из-за того, что в данном способе нагрев осуществляется только снизу деталей.

В связи с этим, одной из задач совершенствования электролитно-плазменной технологии является разработка способа, который позволит обрабатывать детали сложной конфигурации путем сканирования не только снизу, но и по бокам детали. Кроме того, учитывая существенные отличия структуры и свойств марганцевых сталей (20ГЛ, 65Г и сталь марки 2) от хром-никелевых сталей, необходимо комплексно изучить влияния плазменно-электролитического поверхностного упрочнения на структуру и свойства конструкционных хромникелевых сталей для расширения области применения электролитно-плазменной технологии.

1.4 Постановка задачи

Проведенный анализ вопроса позволяет считать технологию электролитно-плазменного поверхностного упрочнения перспективной. В настоящей работе определены следующие задачи:

- Разработать способ и определить оптимальный режим электролитно-плазменного поверхностного упрочнения легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М;

- Исследовать изменение структурно-фазового состояния модифицированных поверхностных слоев легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М электролитно-плазменном поверхностном упрочнении;
- Изучить влияние технологических параметров электролитно-плазменного поверхностного упрочнения на твердость, износостойкость легированных сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М;
- Определить количественные характеристики морфологии тонкой структуры поверхностного слоя стали 34ХН1М при электролитно-плазменном упрочнении.

2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

2.1 Материалы исследования

В соответствии с поставленными задачами в качестве объекта исследования были выбраны стали 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М. Выбор материалов исследования обоснован тем, что эти стали широко применяются для изготовления тяжело-нагруженных деталей. Химический состав сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых сталей (ГОСТ 4543-71)

Марка стали	С	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	Mo
40ХН	0,36-0,44	0,17-0,37	0,5-0,8	1-1,4	до 0,035	до 0,035	0,45-0,75	до 0,3	-
20Х2Н4А	0,16-0,22	0,17-0,37	0,3-0,6	3,25-3,65	до 0,025	до 0,025	1,25-1,65	до 0,3	-
34ХН1М	0,3-0,4	0,17-0,37	0,5-0,8	1,3-1,7	до 0,035	до 0,03	1,3-1,7	-	0,2-0,3

Выбор материалов исследования обоснован тем, что легированные конструкционные стали 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М являются наиболее распространенными для изготовления тяжело-нагруженных деталей машиностроения.

Таблица 2.2 – Данные по применению выбранных материалов исследования

Марка стали	Применение
40ХН	Цилиндры, штоки, рычаги, болты, шпиндели, валы-шестерни, муфты, зубчатые колеса, валы экскаваторов, шатуны, оси, валки прокатных станков.
20Х2Н4А	Шестерни, вал-шестерни, пальцы и другие цементуемые особо ответственные высоконагруженные детали, к которым предъявляются требования высокой прочности, пластичности и вязкости сердцевины и высокой поверхностной твердости, работающие под действием ударных нагрузок или при отрицательных температурах.
34ХН1М	Высоконагружаемые особо ответственные детали с высокими требованиями к механическим свойствам, работающими при температуре не более 500 °С – валы, диски, роторы компрессорных машин и турбин, валы экскаваторов, шестерни, муфты, валы-шестерни, полумуфты, силовые шпильки, болты.

Заготовки образцов для исследования в виде параллелепипедов с размерами 15x15x15 мм вырезали из сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М алмазным диском (толщина 1 мм), который предварительно был погружен в охлаждающую жидкость. При малых оборотах резания $n = 350$ об/мин и низкой нагрузке $m = 250$ г, образец не испытывает деформации и термического воздействия.

Высокие служебные свойства деталей из сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М достигаются термической обработкой. Поэтому заготовки образцов для электролитно-плазменной обработки вырезали из сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М в состоянии поставки.

2.2 Методы исследования упрочненного слоя

2.2.1 Металлографический и растрово-электронно-микроскопический анализы

Для изучения общего характера структуры использовали оптический микроскоп Altamі MET 5С в Научно-исследовательском центре «Инженерия поверхности и трибология» ВКУ имени С.Аманжолова. Приготовление металлографических шлифов образцов сталей осуществляли по стандартной методике, включающей механическое шлифование и механическое полирование. Шлифовку проводили вручную на металлографической шлифовальной бумаге различной зернистости с постепенным переходом от более грубого к более мелкому абразиву. При переходе к последующему номеру бумаги со шлифа тщательно удаляли наждачную пыль, а направление шлифовки меняли на 90° , благодаря чему добивались устранения рисков от предыдущей более грубой бумаги. Полировка образцов стали У9 осуществлялась на алмазных пастах, нанесенных на фильтровальную бумагу, с постепенным уменьшением её зернистости. При переходе к последующему номеру пасты со шлифа тщательно удаляли остатки пасты, а направление шлифовки меняли на 90° . После полирования шлиф промывали спиртом и сушили прикладыванием к фильтровальной бумаге. Следует отметить, что для металлографического микроанализа шлифы после полировки травили 4%-ым спиртовым раствором азотной кислоты.

Структурно-фазовый и элементный состав, обработанных в электролитной плазме, исследовали в инженерной лаборатории «IPГЕТАС» ВКГУ им. Д.Серикбаева на растровом электронном микроскопе JSM-6390LV – фирмы JEOL (Япония), с приставкой энергодисперсионного микроанализа INCAEnergy фирмы «OXFORD Instruments»

2.2.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ

Рентгеноструктурные исследования образцов сталей выполняли известными методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре X'PertPRO (Национальной научной лаборатории коллективного пользования ВКУ им. С.Аманжолова). Съёмку дифрактограмм проводили с использованием CuK_α -излучении при напряжении 40 кВ и анодном токе 30 мА. Расшифровка

дифрактограмм проводилась вручную с использованием стандартных методик и базы данных PDF-4, а количественный анализ выполнялся с помощью программы Powder Cell.

Количественный анализ основан на пропорциональности интенсивности линий к объемной доле данной фазы в смеси, кроме остальных факторов интенсивности [99, 100]. Принцип работы дифрактометра основан на дифракции рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристаллической решетки исследуемого вещества, обозначаемых индексами Миллера h , k и l . Пучок рентгеновских лучей с длиной волны λ , попадая на кристалл, отражается от плоскости hkl , удовлетворяющей уравнению Вульфа-Бреггов:

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin \theta, \quad (2.1)$$

где $d_{(hkl)}$ - межплоскостное расстояние, θ - угол отражения дифракционного пучка.

2.2.3 Методика определения микротвердости и нанотвердости

Измерение микротвердости поверхности и поперечного сечения образцов сталей проводили на приборе ПМТ-3 в соответствии с ГОСТ 9450-76, при нагрузках на индентор $P = 1$ Н и времени выдержки при этой нагрузке 10 секунд.

Для измерения нанотвердости и модуля упругости покрытий использовался нанотвердомер НаноСкан-4DКомпакт. Метод наноиндентирования заключается во вдавливании индентора с алмазным наконечником, с действующей на него нагрузкой, в приповерхностный слой и определения толщины этого слоя, с помощью программного обеспечения нанотвердомера. Прежде, чем индентор начинает опускаться на поверхность материала, задается нагрузка, с которой он будет давить на образец. После того как величина нагрузки достигает максимального значения, индентор начинает разгружаться, то есть нагрузка, действующая на него, постепенно сводится к нулю, а он сам возвращается в свое исходное положение. Таким образом, получают кривую разгрузки, вследствие того, что при индентации образец деформируется упруго – эластично (то есть материал из-под индентора в свое прежнее положение возвращается не до конца) [101].

Твердость определяется максимальной нагрузкой, P_{max} , разделенной на проецируемую площадь контакта после разгрузки:

$$H = \frac{P_{max}}{A_{PC}} \quad (2.2)$$

Твердость Виккерса определяется максимальной нагрузкой P_{max} , разделенной на площадь контакта после разгрузки:

$$H_v = \frac{P_{max}}{A_c * 9.81} \quad (2.3)$$

2.2.4 Методика проведения трибологических испытаний

Трибологические испытания на трение скольжения проводили на трибометре TRB³ (Anton Paar Srl, Швейцария) в лаборатории ТМЦКП ТГУ с использованием стандартной методики «шар-диск» по международному стандарту ASTM G 99 (рисунок 2.1). В качестве контртела использовали шарик диаметром 6,0 мм, из сертифицированного материала – Al₂O₃. Испытания проводили при нагрузке 1 Н и линейной скорости 2 см/сек, радиусом кривизны износа 6 мм, путь трения составлял 25 м. Трибологические характеристики модифицированного слоя характеризовались интенсивностью и объемом изнашивания, также коэффициентом трения.

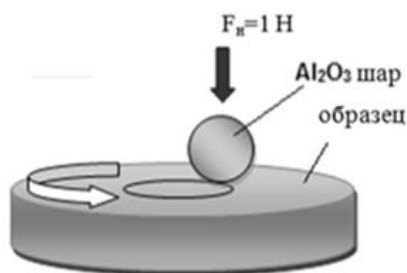


Рисунок 2.1 – Трибологическое испытание образцов по схеме «шар-диск»

2.2.5 Методика испытания на абразивный износ

Испытания образцов на абразивное изнашивание проводили на экспериментальной установке для испытаний на абразивное изнашивание при трении о не жестко закрепленные частицы абразива по схеме «вращающийся ролик – плоская поверхность» в соответствии с ГОСТ 23.208-79, который совпадает с американским стандартом ASTM C6568. Для тестирования абразивного истирания на резиновом круге, поверхности образцов были отшлифованы и отполированы, так же они были очищены с помощью ацетона и высушены. Цилиндрический резиновый ролик, прижатый радиальной поверхностью к плоской поверхности исследуемого образца с усилием 22 Н, вращался с частотой 1 с⁻¹. Скорость поступления абразивных частиц между резиновым колесом и образцом, то есть в зону испытания составила 41-42 г/мин. В качестве абразивных частиц использовался электрокорунд зернистостью 200-250 мкм. Износостойкость испытуемого обработанного образца оценивалась путем сравнения его износа с износом эталонного образца (не обработанного образца). Износ измеряли весовым методом на аналитических весах АДВ-200 с точностью до 0,0001 г. Образцы взвешивались каждую минуту и тестировались в течение трех минут, длина всего износа составляла 28,8 м. Перед взвешиванием образцы обдувались с помощью сжатого воздуха для удаления оставшихся частиц песка на пробах. Износостойкость испытуемого материала оценивали по убыли массы образцов за время испытания согласно ГОСТ-23.208-79.

2.2.6 Методика испытаний на коррозионную стойкость

Коррозионные испытания проводили на потенциостате-гальваностате Р150, в 4 % растворе азотной кислоты (HNO₃). Образцы исследовали в собранной

схеме-ячейке с электролитом HNO_3 , температура испытаний составила 40°C . Для измерения потенциала индикаторного электрода применялся электрод сравнения, потенциал которого не зависел от концентрации определяемых ионов (рисунок 2.2).



а) общий вид б) вид электрода и образца

Рисунок 2.2 – Испытание на коррозионную стойкость образца на потенциостате-гальваностате P150

Процесс измерения проходил в автоматическом режиме при регулировании поляризующего напряжения/тока в цепи рабочего электрода по задаваемой программе в трехэлектродной электрохимической ячейке. Электрод сравнения служил хлорсеребряный электрод, в качестве вспомогательного – стеклографитовый стакан. Скорость подачи потенциала составила: 5 мВ/с , $\eta = E_{\text{стац}} \pm 300\text{ мВ}$. Для того, чтобы сила тока была меньше, площадь поверхности самого рабочего электрода была меньше $s = 0,45\text{ см}^2$.

Для исследования образцов на коррозионную стойкость была проведена пробоподготовка: припаяны медные провода сечением 4 мм на каждый образец с исходной изоляцией, далее образец покрывался лаком в несколько слоев с сушкой по каждому слою, при этом, оставлялась непокрытая площадь образца (20% от общей площади) для проведения исследований. На приборе обеспечивалось заданное изменение потенциала/тока путем формирования стабилизированных напряжения и силы постоянного тока, которые не зависели от процессов, происходящих в электрохимической ячейке.

2.3 Просвечивающий электронно-микроскопический метод исследования

2.3.1 Подготовка образцов и метод съемки на просвечивающем электронном микроскопе

Исследование морфологии и структурно-фазового состояния, а также оценка количественных параметров дислокационной структуры образцов до и

после электролитно-плазменного поверхностного упрочнения проводилось на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ в научно-исследовательской лаборатории Томского государственного архитектурно-строительного университета (Томск, РФ).

Методика приготовления образца для просмотра на просвечивающем электронном микроскопе сводилась к следующему. На электроискровом станке параллельно поверхности закаленного образца вырезалась пластинка толщиной ~300 мкм (измерения проводились микрометром с точностью $\pm 0,01$ мкм). Режим электроискровой резки был подобран таким, что не вносил дополнительных искажений в структуру материала. Из полученной пластинки, одна из сторон которой являлась поверхностью закаленного образца, готовились фольги. Чтобы максимально близко приблизиться к поверхности образца, фольги готовились со стороны реза следующим образом. Поверхность образца на вырезанной пластинке покрывалась лаком. Затем проводилось утонение этой пластинки только со стороны реза. Утонение осуществлялось химически в растворе перекиси водорода (H_2O_2) с добавлением нескольких капель плавиковой кислоты (HF). Затем методом электролитической полировки готовилась фольга для просмотра в просвечивающем электронном микроскопе. Электролитическая полировка проводилась также со стороны реза в пене пересыщенного раствора хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте при температуре 60-80⁰С. Заключительный этап – снятие пленки с поверхности и окончательная полировка образца. Таким образом, сама поверхность полировалась только электролитически очень короткое (не более 3 секунд) время.

Исследования выполнены на электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа выбиралось равным от 8000 до 50000 крат. Определение размеров и объемной доли карбидных фаз, а также α - и γ -фаз проводилось по изображениям, подтвержденным микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз. Идентификация фаз проводилась по стандартным методикам. Для этого использовались схемы микродифракционных картин, рассчитанные по табличным значениям параметров кристаллических решеток. Результаты, полученные методом электронной микроскопии, сопоставлялись с результатами литературных источников. Из предоставленного образца было подготовлено 2 фольги и отснято до 48 микроснимков и микродифракционных картин к ним.

2.3.2 Методика определения количественных параметров тонкой структуры

Изображения тонкой структуры материала, полученные при просмотре в электронном микроскопе, были использованы: 1) для классификации морфологических признаков структуры матрицы стали и определение их объемных долей; 2) для определения размеров, объемной доли плотности распределения вторичных фаз и мест их локализации и 3) для определения параметров тонкой структуры материала, а именно, скалярной ρ и избыточной

ρ_{\pm} плотности дислокаций, амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки χ и внутренних напряжений σ . Причем было определено два вида внутренних напряжений: 1) напряжение сдвига (поля напряжений, создаваемые дислокационной структурой), и 2) далекодействующие напряжения – это моментные (или локальные) напряжения, возникающие в тех местах материала, в которых присутствует избыточная плотность дислокаций (ρ_{\pm}), т.е. когда $\rho_{\pm} = \rho_{+} - \rho_{-} \neq 0$ (ρ_{+} и ρ_{-} – плотность, соответственно, положительно и отрицательно заряженных дислокаций). Все полученные данные обрабатывались статистически.

Количественные параметры оценивались методом определения объемной доли по случайным сечениям, основанном на измерении доли площади фольги P_s , занятой определенным типом дислокационной субструктуры (ДСС), т.е. был использован планиметрический метод. Согласно этому методу, измерялись площади изображений каждого из типов ДСС на плоскости наблюдения. Затем величины таких площадей суммировались. Полученная сумма делилась на величину площади изучаемого участка плоскости наблюдения. Скалярная плотность дислокаций измерялась методом секущих с поправкой на невидимость дислокаций [102, 103]. В качестве испытательной линии использовалась прямоугольная сетка.

$$\rho = \sum_{i=1}^Z P_{Vi} \rho_i, \quad (2.4)$$

где ρ_i – скалярная плотность дислокаций в определенном типе ДСС, P_{Vi} – объемная доля материала, занятого этим типом ДСС, Z – количество типов ДСС.

Избыточная плотность дислокаций $\rho_{\pm} = \rho_{+} + \rho_{-}$ (ρ_{+} и ρ_{-} – плотность соответственно положительно и отрицательно заряженных дислокаций) измерялась локально по градиенту разориентировки [104-106]:

$$\rho_{\pm} = \frac{1}{b} \frac{\partial \varphi}{\partial l}, \quad (2.5)$$

где b – вектор Бюргерса дислокаций, $\frac{\partial \varphi}{\partial l}$ – градиент кривизны фольги или кривизна-кручение кристаллической решетки χ . Величина $\chi = \frac{\partial \varphi}{\partial l}$ определялась путем смещения экстинкционного контура (Δl) при контролируемом угле наклона фольги ($\Delta \varphi$) в колонне микроскопа с помощью гониометра.

Величина внутренних полей напряжений, следуя схеме расчетов [107], может быть оценена следующим образом:

$$\sigma = G \cdot t \cdot \chi, \quad (2.6)$$

где G – модуль сдвига исследуемого материала; t – толщина фольги (для электронного микроскопа ЭМ-125 $t \sim 200$ нм); χ – кривизна-кручение кристаллической решетки.

2.3.3 Определение погрешностей количественных параметров

Для определения объемных долей структурных составляющих (мартенситных пакетов и пластин, пластинчатого перлита, феррито-карбидной смеси и фрагментированного феррита) использован планиметрический метод, который сводится к измерению суммарной площади сечений каждой структурной составляющей на определенной площади фольги.

Вывод рабочей формулы этого метода основан на принципе Кавальери – Акера – Глаголева [108]. Он устанавливает связь между долями площади (P_S) и объема (P_V):

$$P_V = P_S. \quad (2.7)$$

Это одно из фундаментальных соотношений стереологии, рассмотренной С.А. Салтыковым [109]. Рабочая формула планиметрического метода имеет следующий вид:

$$P_S = \frac{S}{L^2} = \frac{V}{L^3} = P_V, \quad (2.8)$$

где S и V – площадь и объем, занятые соответствующей структурной составляющей в элементе образца, представляющим куб с ребром L .

Среднее квадратичное отклонение объемной доли определялось по формуле:

$$\sigma_{P_V} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (P_{V_i} - P_V)^2 \cdot \frac{1}{N-1}}, \quad (2.9)$$

где N – объем выборки, P_V – среднее и P_{V_i} – случайные значения объемной доли соответствующего типа структуры.

Стандартное отклонение – $\pm 5\%$.

Определение скалярной плотности дислокаций. Скалярная плотность дислокаций измерялась методом секущих с поправкой на невидимость дислокаций [110]. В качестве испытательной линии использовалась прямоугольная сетка. Скалярная плотность дислокаций на микрофотографиях, полученных при электронно-микроскопическом исследовании, определяется по формуле:

$$\rho = \frac{M}{t} \left(\frac{n_1}{l_1} + \frac{n_2}{l_2} \right), \quad (2.10)$$

где M – увеличение микрофотографии, t – толщина фольги, n_1 и n_2 – число пересечений дислокациями горизонтальных l_1 и вертикальных l_2 линий, соответственно (l_1 и l_2 – суммарная длина горизонтальных и вертикальных линий).

Среднее квадратичное отклонение скалярной плотности дислокаций определялось по формуле [111]:

$$\sigma_\rho = \sqrt{\sum_{i=1}^N (\rho_i - \rho)^2 \cdot \frac{1}{N-1}}, \quad (2.11)$$

где N – объем выборки, ρ_i – случайное и ρ – среднее значения скалярной плотности дислокаций.

Измерение величины ρ проводилось в пределах отдельной конкретной морфологической составляющей. Величина средней скалярной плотности дислокаций рассчитывалась также отдельно для каждой морфологической составляющей.

Средняя по материалу величина скалярной плотности дислокаций рассчитывалась с учетом объемной доли каждого из типов присутствующих морфологических составляющих по следующей формуле [111]:

$$\rho = \sum_i P_{vi} \rho_i, \quad (2.12)$$

где ρ_i – средняя скалярная плотность дислокаций в каждой морфологической составляющей, P_{vi} – объемная доля материала, занятого этой морфологической составляющей.

Согласно [112], стандартное отклонение ρ соответствует $\pm 20\%$. Однако это соответствует для $\rho = 10^8 \text{ см}^{-2}$. Для высоких значений ρ (как в сталях) экспериментально определены отклонения, равные максимально $\pm 0,1 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$

Определение избыточной плотности дислокаций ρ_\pm и амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки χ . Избыточная плотность дислокаций $\rho_\pm = \rho_+ - \rho_-$ (ρ_+ и ρ_- – плотность соответственно положительно и отрицательно заряженных дислокаций) измерялась локально по градиенту разориентировки [112]:

$$\rho_\pm = \frac{1}{b} \cdot \frac{\partial \varphi}{\partial \ell}, \quad (2.13)$$

где b – вектор Бюргерса дислокаций, $\frac{\partial \varphi}{\partial \ell} = \chi$ – градиент кривизны-кручения (или кривизна-кручение кристаллической решетки χ). Величина $\chi = \frac{\partial \varphi}{\partial \ell}$ определялась путем смещения экстинкционного контура ($\Delta \ell$) при

контролируемом угле наклона фольги ($\Delta\varphi$) в колонне микроскопа с помощью гониометра. При этом необходимо, чтобы вектор действующего отражения \vec{g} был перпендикулярен оси наклона гониометра (ОНГ). Установлено, что ширина контура в величинах разориентировок для сталей составляет $\sim 1^\circ$ [113]. Это означает, что при повороте гониометра на величину $\Delta\varphi \approx 1^\circ$ изгибный экстинкционный контур смещается на расстояние, равное своей ширине, т.е. $\Delta l \approx l$.

Таким образом, для расчета величины ρ_{\pm} необходимо было определить ширину экстинкционного контура l . Ширина контура определялась по микрофотографиям, полученным с фольг, путем их непосредственного замера в направлении, перпендикулярном направлению контура [111, 114, 115]. Средний размер ширины контура (l) в объеме каждой морфологической составляющей определялся по соотношению:

$$l = \frac{\sum_{i=1}^N l_i}{N}, \quad (2.14)$$

где N – число измерений, l_i – текущий размер контура на отдельном изображении микрофотографии.

Стандартное отклонение – не больше ± 5 нм.

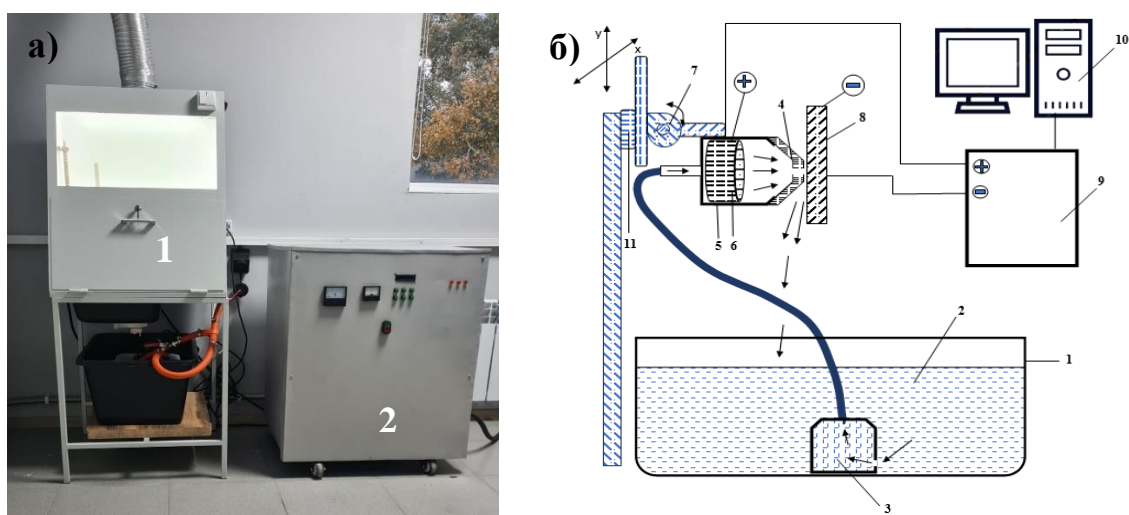
3 РАЗРАБОТКА СПОСОБА ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО УПРОЧНЕНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

В настоящей главе приводятся результаты работ по разработке способа электролитно-плазменного упрочнения легированных сталей. Изучены энергетические характеристики процесса электролитно-плазменного упрочнения.

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [116-119].

3.1 Технологические характеристика установки и описание процесса осуществления электролитно-плазменного упрочнения сталей

Электролитно-плазменное поверхностное упрочнение образцов сталей проводили на установке, которая была изготовлена и модернизирована на базе научно-исследовательского центра «Инженерия поверхности и трибология» Национальной-научной лаборатории коллективного пользования Восточно-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова. Технические характеристики, инструкция по эксплуатации и проведения эксперимента на установке «Электролитно-плазменная обработка» более детально и подробно описаны в наших работах [116-119]. Тем не менее, конструктивное описание установки, приведенное на рисунке 3.1а состоит из следующих основных частей - источника питания (1) и камеры электролитно-плазменной обработки материалов (2).



а) общий вид и б) схематическое изображение установки

Рисунок 3.1 – Общий вид и схема установки электролитно-плазменной обработки

В таблице 3.1 приведены основные технические характеристики установки электролитно-плазменной обработки которые соответствуют паспортным данным установки.

Установка для поверхностной закалки изделий из стали включает систему подачи плазмообразующего вещества, изолятор, сопло, плазмотрон и устройство для крепления, поворота и настройки плазмотрона, сканирующее устройство, пульт управления, отличающаяся тем, что она снабжена источником питания с напряжением холостого хода 0-360 В, ванной, объемом 0,2-0,4 м³ и насосом, при этом в качестве плазмообразующего вещества используют электролит из водного раствора, находящийся в циркуляционном режиме.

На рисунке схематически изображена установка для плазменного поверхностного упрочнения деталей из стали и чугуна где показаны: ванна (1) с электролитом (2), насос (3) для откачки электролита, плазмотрон, который состоит из металлического сопла (4), изолятора в виде стакана (5) и анода в виде спирали (6), устройство для крепления, поворота плазмотрона (7), обрабатываемое изделие – катод (8), источник питания (9) постоянного тока, в котором управление осуществляется автоматизированной системой управления, согласованной с персональным компьютером (10). Стрелками показаны направления движения электролита и воды в теплообменнике. Перед началом работы ванна (1) заполняется электролитом (2). Затем электролит (2) с помощью насоса (3), установленного на дне ванны (1) поступает в плазмотрон, который состоит из металлического сопла (4), изолятор в виде стакана (5) и анода в виде спирали (6). При этом электролит (2) выходит через сопло (4) и на обрабатываемую зону подается струя электролита (2), а затем сливается обратно в ванну (1). Таким образом, электролит (2) находится в циркуляционном режиме. Скорость подачи электролита 2 (расход) составляет 6-8 л/мин. Плазмотрон устанавливают к устройству для крепления и поворота плазмотрона (7). Затем анод (6) подключают к положительному полюсу источника питания (9), а обрабатываемая деталь – катод (8) к его отрицательному полюсу. В результате этого между электролитом (2) и обрабатываемой деталью – катодом (8) возбуждается плазменная дуга. С помощью сканирующего устройства (11) плазмотрон перемещают по поверхности детали с заданной скоростью и траекторией. С помощью пульта управления (персонального компьютера) можно задавать напряжение между анодом и деталью, скорость перемещения плазмотрона по оси x и y (в соответствие с заданной программой). Для того, чтобы поддержать температуру в пределах 40-70° С в течение 1 часа объем электролита должен быть не меньше 0,2 м³. В установке в качестве плазмообразующего вещества используется электролит из водного раствора, также отсутствуют система охлаждения сопла и другие узлы установки. Сопло плазмотрона охлаждается за счет электролита. В установке применяется выпрямитель постоянного тока мощностью 30 кВт. На выходе дает 320 В и 0-100 А. Установка работает при напряжении 320 В, а сила зависит от ширины закалки. Для получения ширины закалки 8-20 мм значения тока составляет 25-30А. Увеличивая ток до 90 А можно увеличить ширину закалки до 50-60 мм. Все это обеспечивает ресурсосбережение предлагаемой установки, а также снижает трудоемкость процесса обработки.

При использовании предлагаемой установки обеспечивается высокая

скорость охлаждения обрабатываемой детали по сравнению с прототипом. Так как при сканировании обрабатываемая зона детали охлаждается в электролите. При этом электролит находится в циркуляционном режиме. Все это обеспечивает высокую твердость при небольшой толщине модифицированного слоя. Это также обеспечивает отсутствие трещин и в поверхностном слое детали. [120-122].

В таблице представлены основные технические характеристики установки.

Таблица 3.1 - Технические характеристики установки

Технические характеристики	Заявляемое техническое решение
Производительность плазменной закалки, м ² /ч	4-8
Источник питания	выпрямитель
Полярность	обратная
Плазмообразующее вещество	электролит
Охлаждение плазмотрона	не требуется
Мощность установки, кВт	30
Диапазон токов, А	20-100
Напряжение холостого хода, В	320
Номинальное напряжение на дуге, В	320
КПД, %	89-90

Таблица 3.2 – Технологические параметры процесса ЭППУ сталей

Состав электролита для ЭППУ	Температура, t, °С	Время, τ, сек
Водный раствор 20% карбонат натрия (Na ₂ CO ₃) и 10% карбамида ((NH ₂) ₂ CO)	870-950	2

3.2 Изучение физико-химических основ процесса поверхностного электролитно-плазменного упрочнения

Одной из основных задач настоящей работы является разработка способа электролитно-плазменной поверхностной закалки. Поэтому определение оптимальных режимов ЭППУ напрямую зависит от результатов изучения физико-химических основ процесса электролитно-плазменной обработки, которые характеризуются такими параметрами как вольтамперная характеристика (ВАХ), состав электролита, толщина парогазовой оболочки (h) и скорость паров (u), вытекающих из разрядной зоны.

Однако, несмотря на то что способ ЭПО считается относительно одним из давно применяемых методов воздействия на поверхность плазмой электролита в катодном режиме для придания материалу необходимых эксплуатационных свойств, на сегодняшний день не разработана физико-химическая теория протекания процесса ЭППУ, которая дала бы ответы на физические стороны вопроса. Тем не менее многочисленные литературные источники показывают, что процесс локального электролитно-плазменного упрочнения не может

описываться только физическими или только химическими параметрами, необходимо иметь комплексный подход решению этого вопроса [123-125].

Как подтверждают авторы работ [126-128] в настоящее время интерес к электролитно-плазменной обработке, основанной на электроразрядных явлениях в системе «металл-электролит» значительно вырос. Это связано, в первую очередь вопросом ресурсосбережения, экономии времени и материальных затрат, связанных с процессом обработки. И тот факт, что электролитно-плазменный метод обработки во многом лишен недостатков, присущих традиционным способам обработки металлической поверхности, и для нас является решающим фактором при выборе именно этой технологии обработки легированных сталей.

Согласно общему анализу доступной литературы на тему физико-химические основы процесса электролитно-плазменной обработки можно сделать описание всего процесса упрочнения в следующей форме. Как установлено авторами [126-129] при малых напряжениях в электрохимической ячейке, содержащей водный раствор электролита, наблюдается классический электрохимический процесс. При повышении напряжения начинается интенсивное электродное газовыделение приводящее к формированию приэлектродного газожидкостного слоя. По мере повышения напряжения плотность упаковки газовых пузырьков в приэлектродном газожидкостном слое возрастает, и суммарная площадь поперечного сечения электролитных мостиков между ними уменьшается. В результате тепловыделения температура электролита в этих мостиках достигает температуры кипения. При переходе от пузырькового режима кипения к плёночному вокруг погружённого в электролит изделия возникает тонкая (50-100 мкм) парогазовая оболочка, состоящая из паров воды, активированных OH^- , H^+ и ионов, входящих в состав электролита. Микроразряды, протекающие через парогазовую оболочку, мигрируют по поверхности изделия и передают локализованным областям значительные порции энергии (сотни КДж/моль). В парогазовой оболочке протекает сложный комплекс физико-химических процессов: пленочное кипение в электрическом поле; теплоперенос; ионизация паров; движение электрических зарядов [126-128].

В работе автора [129] более подробно описана ВАХ процесса электролитно-плазменной обработки при разных составах электролита. Согласно экспериментальным результатам автора были сделаны следующие заключения, которые продемонстрированы на рисунке 3.2 в виде схематического изображения: в точках 1-2 происходит линейное увеличение силы тока к приложенному напряжению. С увеличением силы тока увеличивается температура электролита, однако температура катода и электролита в этом отрезке меньше температуры кипения воды. При дальнейшем увеличении напряжения на поверхности катода начинаются искровые пробои, и электролит начинает вскипать, происходит газовыделение. Наблюдается увеличение силы тока вплоть до максимального значения, при которой температура катода достигает температуры кипения воды. В конце линейной области происходит

резкое уменьшение силы тока это область в точках 2-3, но тем не менее значения температуры электрода и электролита остаются неизменными. Наблюдается бурное кипение электролита, характеризующееся образованием парогазовой оболочки вблизи поверхности катода где наблюдается яркое синее свечение, что подтверждает образование плазмы. При напряжении более 180 В появляется область аномального разряда, характерный рост силы тока и резкое увеличение температуры катода. При повышении значения напряжения, растет характерный гул, искровые пробой переходят в стационарное горение плазмы. В области аномального разряда при напряжении около 320 В в точках 3-4 сила тока уменьшается резко продолжается более устойчивое горение плазмы. Дальнейшее уменьшение напряжения незначительно изменяет силу тока в области точек 4 - 5, образуется парогазовая оболочка. При напряжении около 180 В на точках 5 - 7 свечение у катода исчезает, наблюдается пузырьковое кипение и сила тока скачкообразно увеличивается почти до прежней величины (точка 7-1). При этом происходит плавное снижение температуры катода. При дальнейшем уменьшении напряжения возвращаемся к точке 1.

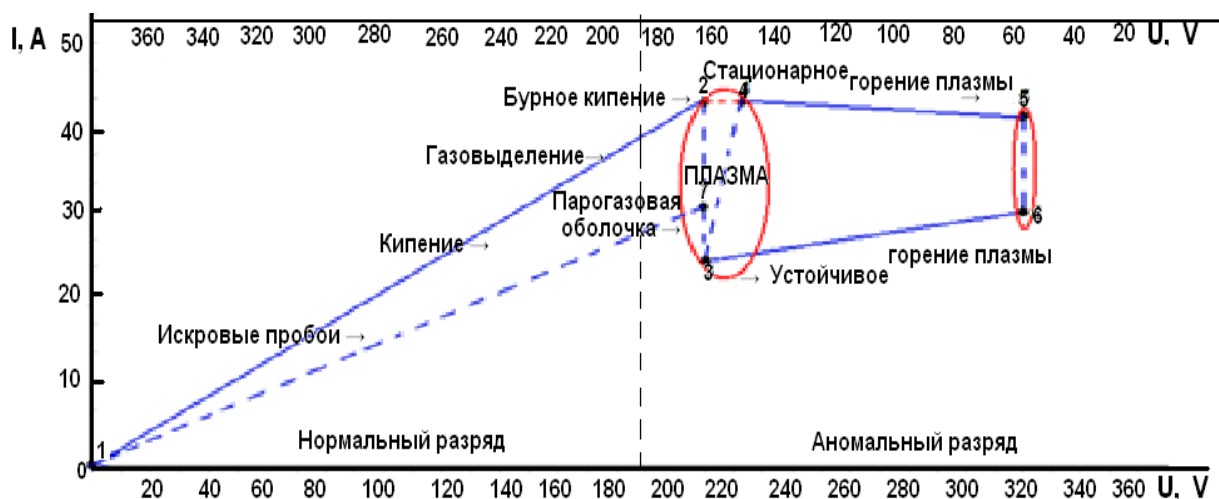


Рисунок 3.2 – Схематическое изображение ВАХ процесса плазменно-электролитической обработки [129]

Таким образом, анализу вышеприведенной литературы можно считать, что образование устойчивой сплошной парогазовой оболочки вокруг активного электрода является необходимым условием для осуществления электролитно-плазменного упрочнения.

Для численной оценки значения парогазовой оболочки и скорости вытекания газа нами были проведены аналогичные теоретические расчеты на основе принципа наименьшей скорости рассеяния энергии в неравновесных процессах Онзагера. Основные расчетные формулы и описания процесса формирования электрического тока в окрестности опущенного в электролит образца были взяты из работ авторов А.И. Григорьева, Л.Г. Журеровой, Л.А. Ерыгиной [130, 131].

Используя алгоритм в вышеописанных литературных источниках оценим величину ПГО и скорость вытекания пара из газоразрядной зоны относительно

поверхности электролита. Для этого так же примем, что нагреваемый образец имеет форму параллелепипеда с основанием длиной a , шириной b , который опущен в электролит на глубину c , а толщина паровой оболочки h постоянная. Полная площадь поверхности нагреваемого электрода, через которую течет электрический ток, определяется простым выражением $\Sigma = a \cdot b + 2(a+b)c$, а площадь канала в окрестности электрода, через который из разрядной зоны удаляется под действием перепада давлений перегретый пар: $s = 2(a+b)h$. Скорость, с которой пар выходит из разрядной зоны, обозначим u и составим уравнение баланса массы пара [129; 130, с.40]:

$$\rho s u = \frac{\alpha^2 W \Sigma}{(1-\alpha) \lambda} \quad (3.1)$$

В выражение (3.1), стоящее в правой части, определяет массу пара, образующегося в единицу времени при испарении электролита, а выражение, стоящее слева, определяет массу пара, покидающего разрядную зону. Отсюда можно выразить скорость u через неизвестную толщину парового слоя h и физические параметры, контролируемые в эксперименте [130, с.40]:

$$u = \frac{\alpha^2 U j [ab + 2(a+b)c]}{2(1-\alpha) \rho \lambda h (a+b)} \quad (3.2)$$

Свяжем теперь величину давления пара p с толщиной паровой оболочки h и со скоростью u на основе уравнения Бернулли, моделируя пар идеальной несжимаемой жидкостью. Обозначим индексом 0 значения физических характеристик пара, взятых в центре основания нагреваемого электрода, и звездочкой - взятых у поверхности электролита в месте выхода пара. Тогда получим [130, с. 41]:

$$p_0 + \frac{1}{2} \rho_0 u_0^2 = p_* + \frac{1}{2} \rho_* u_*^2 \quad (3.3)$$

где, p_0 - давление пара у основания нагреваемого электрода, в его центре; p_* - атмосферное давление.

Для нижеследующих оценок примем, что $u_0 = 0$, $u_* \equiv u$, $\rho_0 = \rho_* \equiv \rho$. В итоге получим [130, с.41]:

$$\Delta p \equiv p_0 - p_* = \frac{1}{2} \rho u^2, \quad (3.4)$$

где u определяется соотношением (3.2).

Согласно утверждению автора А.И. Григорьева перепад давлений Δp обеспечивает существование паровой оболочки в окрестности катода толщиной

h и смещение на $(c+h)$ свободной электролита, противолежащей нагреваемому электроду, от естественного в поле силы тяжести положения. Следовательно, [130, с.40] отсюда имеем:

$$\rho_e g (c+h) = p_0 - p_* = \frac{1}{2} \rho u^2, \text{ или } h = \frac{\rho u^2}{2g\rho_e} - c \quad (3.5)$$

ρ_e - плотность раствора электролита.

Подставляя в (3.5) выражение (3.2), несложно получить уравнения для определения толщины паровой прослойки [130, с. 40]:

$$(c+h)h^2 = \frac{\rho}{2g\rho_e} \left(\frac{\alpha^2 U j [ab + 2(a+b)c]}{2(1-\alpha)\rho\lambda(a+b)} \right)^2 \quad (3.6)$$

Теперь используя теоретические выводы формул Григорьева А.И. в работе [130, с.39-40], мы рассчитываем, применяя следующие данные при $U=320\text{V}$, $j=2,7 \cdot 10^{-4} \text{A/m}^2$, $a=b=0,015 \text{ м}$, $c=0,003 \text{ м}$, $\rho_e \sim 1000 \text{ кг/м}^3$, принятых выше значениях остальных физических величин из (3.1) - (3.6) несложно получить следующие значения (таблица 3.3):

Таблица 3.3– Расчетные данные аналитических исследований процесса ПГО

U, В	Толщина ПГО h , $\mu\text{м}$	Скорость u , мкм/с
180	12,43	25,0
220	15,20	34,0
260	19,34	43,2
320	22,01	56,9

Таким образом, по результатам теоретических расчетов полученных с использованием формул (3.2) и (3.6) были построены графики зависимости толщины ПГО и скорости вытекания газа из разрядной зоны от напряжения, которые приведены на рисунках 3.3-3.4.

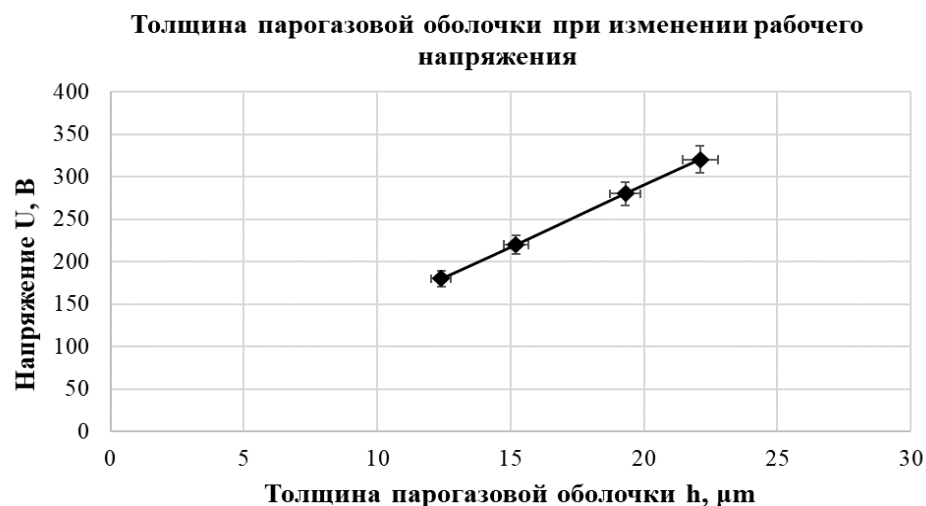


Рисунок 3.3 – График зависимости толщины ПГО от напряжения

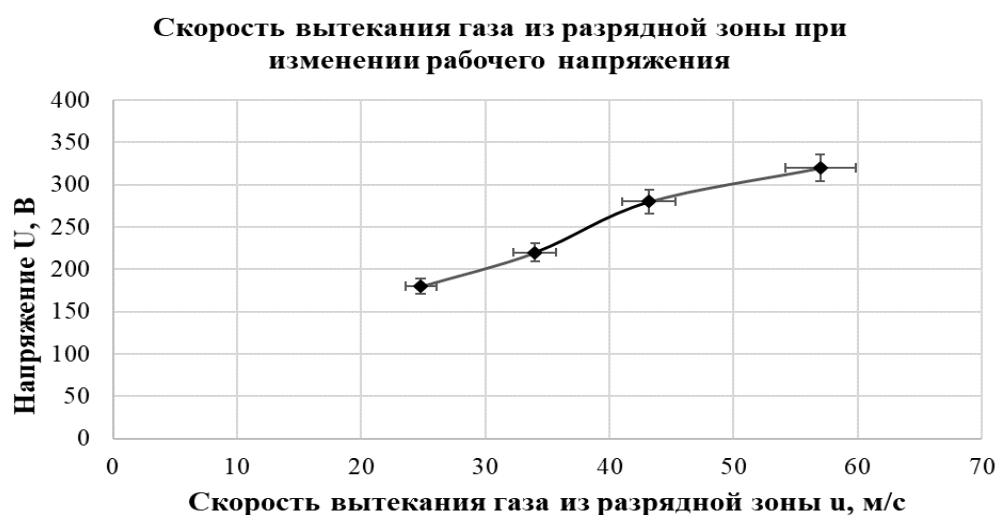


Рисунок 3.4 – График зависимости скорости вытекания газа из разрядной зоны от рабочего напряжения

Таким образом, проведенный нами теоретический расчет на основе физических закономерностей протекания электрогазоразрядного нагрева металлического катода-образца, опущенного в электролит, позволил физически оценить толщину ПГО, разделяющей электролит и электрод, скорость пара, с которой он покидает газоразрядную область.

3.3 Оценка обоснования выбор оптимального состава электролита для электролитно-плазменного упрочнения

На образование устойчивой сплошной парогазовой оболочки влияют не только параметры электрической цепи, но и молекулярные свойства жидкости, которые зависят от состава электролита и его концентрации, такие заключения были сделаны авторами работ [132, 133]. Кроме того, основные показатели

качества электролитно-плазменной обработки, к которым можно отнести твердость, толщину модифицированного слоя и износостойкость, зависят от ряда факторов: состав электролита, плотность тока, напряжения, температуры электролита, времени обработки. Среди этих факторов важная роль принадлежит составу электролита.

Для поверхностной закалки сталей наиболее широко применяются водные растворы разных активных веществ [134-137]. Как известно [138], для катодного процесса наиболее оптимальным компонентом, обеспечивающим устойчивый разряд, является карбонат натрия. С целью предотвращения процесса обезуглероживания в состав электролита добавляют углеродосодержащие компоненты, такие как глицерин, карбамид и т.д.

Эксперименты по изучению энергетических характеристик проведены с электролитами, содержащими карбамид и карбонат натрия с различными концентрациями (таблица 3.4). Во всех экспериментах регистрировалось напряжение на электродах и средняя сила тока между ними с помощью стрелочных приборов.

Таблица 3.4 – Состав электролита для изучения ВАХ

№ электролита	Карбонат натрия Na ₂ CO ₃ , %	Карбамид (NH ₂) ₂ CO, %	Вода H ₂ O, %
1	10	10	80
2	20	10	70
3	15	15	70
4	10	20	70
5	20	20	60

На рисунке 3.5 показаны вольтамперные характеристики (ВАХ) электролитно-плазменного процесса в электролитах, содержащих карбамид и карбонат натрия с различными концентрациями (%). Видно, что величина плотности тока для всех концентраций электролита при одинаковых значениях напряжения имеет приблизительно одинаковое значение, т.е. величина тока, проходящего через образец в данном диапазоне концентраций, не сильно зависит от концентрации электролита. По виду вольтамперных характеристик видно, что с увеличением концентрации карбоната натрия увеличивается плотность тока. Также выявлено, что содержание увеличение карбамида приводит к увеличению плотности тока при низких концентрациях карбоната натрия. А при больших концентрациях карбоната натрия карбамид практически не влияет на плотность тока.

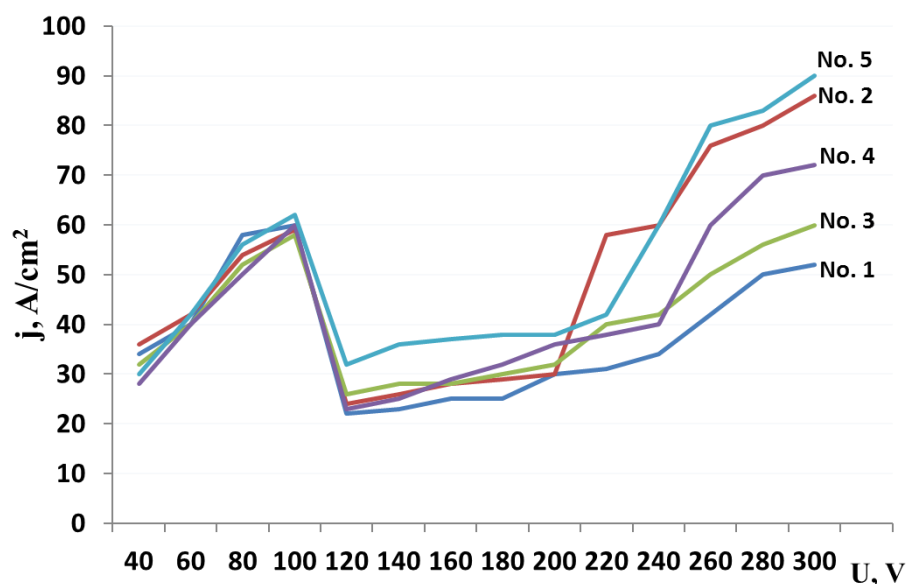


Рисунок 3.5 – Вольтамперная характеристика электролитно-плазменного процесса нагрева

Также, нами были проведены экспериментальные работы по определению температуры на поверхности образца при ЭППУ. Образец изготавливали из стали 34ХН1М. Температуру нагрева исследуемого образца измеряли с помощью цифрового мультиметра UNIT-33С и хромель-алюмелевой термопары (точность 2% в диапазоне от 40 до 1000 °С). Термопару вставляли в отверстие, просверленное в катоде на расстоянии 2 мм от нагреваемой поверхности. Схема расположения термопары показана на рисунке 3.6.

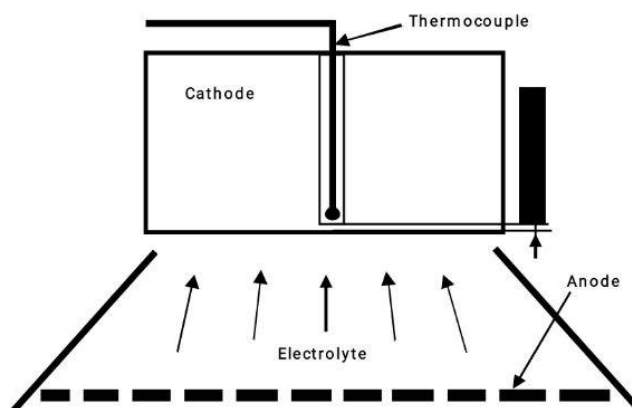


Рисунок 3.6 – Схема размещения термопары в поверхностном слое образца при измерении температуры в процессе электролитно-плазменного нагрева

Были изучены температурно-временные зависимости нагрева для каждого электролита. На рисунке 3.7 приведен график зависимость температуры от времени для рассматриваемых электролитов в таблице 3.4. Однако, из-за сложности точного определения температуры при кратковременном нагреве, нами не удалось выявить различие скорости нагрева образца для каждого электролита. При этом, все рассматриваемые электролиты показали высокую скорость нагрева – 450-500 °С.

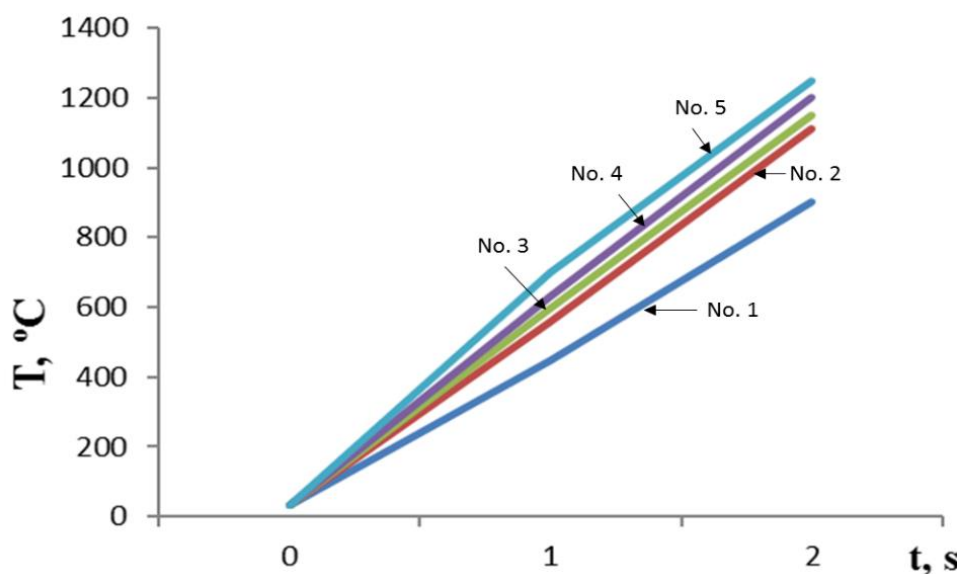


Рисунок 3.7 – Зависимость температуры от времени

Как известно [139], одним из наиболее важным свойством поверхностного слоя, которое сильно зависит от скорости нагрева и охлаждения при поверхностной закалке является твердость. Поэтому нами были изучены изменения микротвердости поверхности стали 34ХН1М в зависимости от состава электролита. На рисунке 3.8 приведена зависимость микротвердости стали 34ХН1М до и после электролитно-плазменного упрочнения в различных электролитах (таблица 3.4). ЭППУ осуществляли воздействием электролитической плазмы на поверхность образца с продолжительностью 2 секунд с последующим охлаждением в проточном электролите со значением температуры 40 °С. Согласно анализу полученных результатов оценки твердости, на микротвердомере ПМТ-3 было установлено, что сравнительное увеличение значения микротвердости наблюдается у образцов, обработанных в электролитах, содержащих 20% карбоната натрия и 10% карбамида, но у образцов, обработанные в электролитах, содержащих 20% карбамида и 10% карбоната натрия, показатель микротвердости имеет наименьшее значение по сравнению со всеми обработанными образцами.

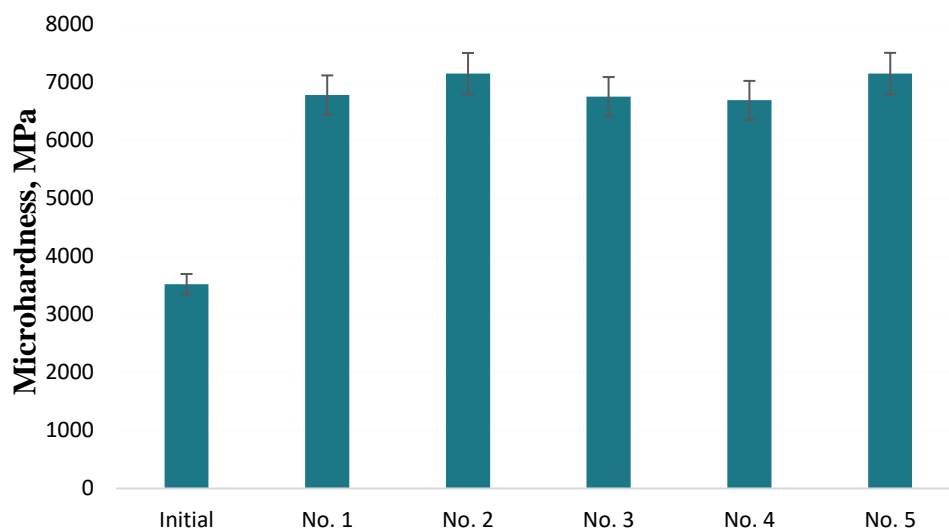


Рисунок 3.8 – Зависимость поверхностной микротвердости стали 34ХН1М от состава электролита

Так же на основе анализа результатов ЭПТУ осуществленных воздействием электролитической плазмы на поверхность образца с продолжительностью 1-3 секунд, а также оценки поверхностной микротвердости и значения шероховатости на профилометре модели 130 были построены диаграммы зависимостей. На рисунке 3.9 представлена диаграмма зависимости поверхностной микротвердости стали 34ХН1М от времени воздействия плазмы.

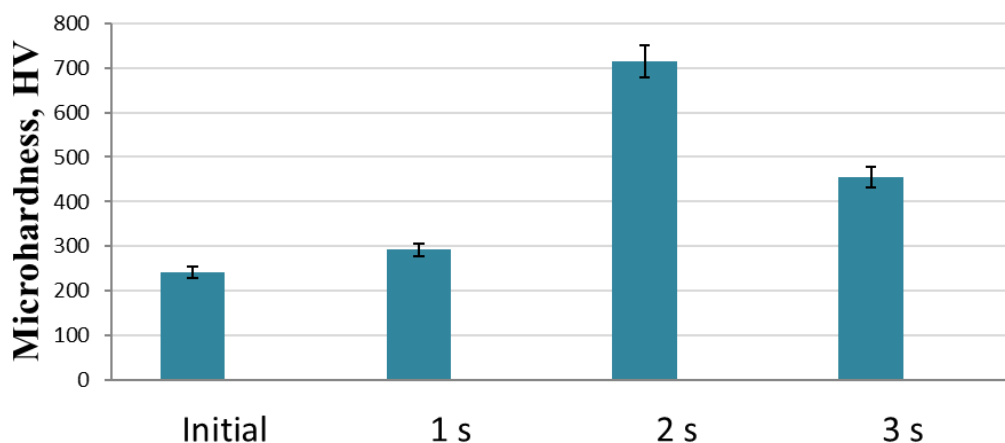


Рисунок 3.9 – Зависимость поверхностной микротвердости стали 34ХН1М от времени воздействия плазмы

На рисунке 3.10 приведена зависимость шероховатости от времени воздействия плазмы в процессе электролитно-плазменной поверхностной закалки стали 34ХН1М.

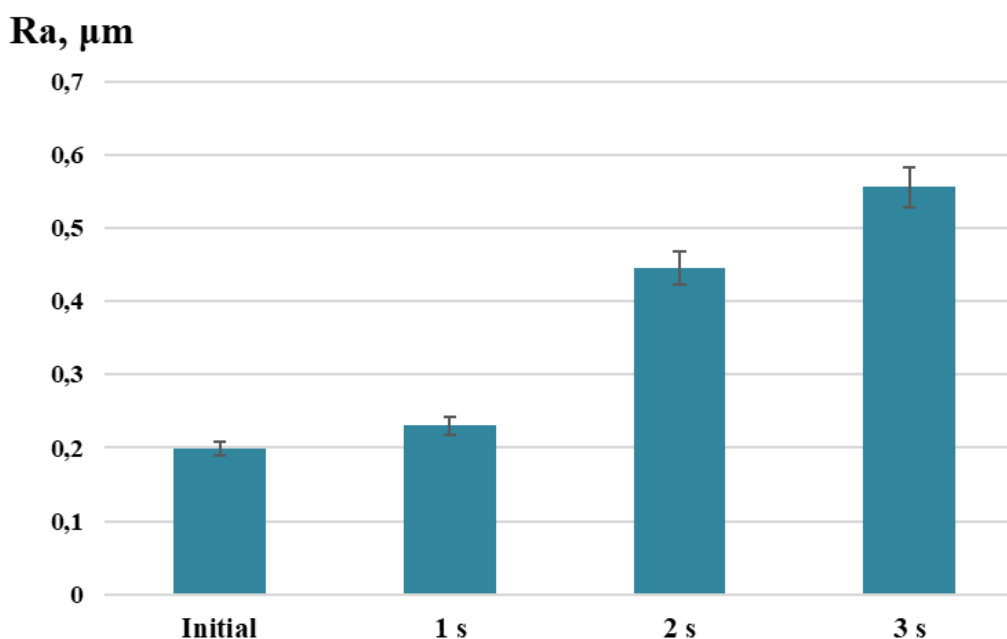


Рисунок 3.10 – Зависимость шероховатости от времени воздействия плазмы

Как мы знаем [139], нагрев электролита есть следствие действия тока, а также разряда и возгорания плазмы. Основные затраты энергии идут на испарение и нагрев электролита (формирование плазменного слоя) и нагрев поверхности изделия электрическими разрядами. Разряды имеют вид равномерно распределенных по зоне обработки микродуговых разрядов.

При периодическом включении высокого напряжения электрического потенциала (320 В) и низкого (180 В) наблюдается изменение скорости нагрева, что дает возможность увеличить время и увеличить толщину нагретого слоя. Подключение электрического потенциала в момент охлаждения поверхности изделия позволяет снижать скорость охлаждения, и создает возможность закалывать изделия, которые изготовлены из сплава с высоким содержанием углерода.

Периодически изменяя плотность мощности нагрева можно получать закаленные слои, толщиной 0,5 мм, 2 мм, 4 мм, 7 мм, 8 мм и 10 мм. Как видно из рисунка 3.11 нагрев при высоком напряжении 320В без переключения низкого напряжения позволяет получить закаленный слой толщиной 0,5-0,6 мкм. Для того чтобы получить закаленный слой толщиной 4 мм необходимо осуществлять, нагрев в течение 25 сек при периодическом включении высокого напряжения $U_1 = 320$ В на 1 секунд и низкого напряжения $U_2 = 180$ В на 4 секунды. Суммарный нагрев в течение 50 секунд обеспечивает толщину закаленного слоя до 10 мм.

Эксперимент оценки контроля толщины закаленного слоя проводился на плоском образце из стали 34ХН1М, который имел толщину 50 мм. Нагрев и охлаждение осуществляли нагревателем, который имел диаметр выходного сопла 20 мм. В качестве электролита использовали водный раствор, содержащий 20% карбоната натрия и 10% карбамида. Микротвердость упрочненного слоя измерялась микротвердомером ПМТ-3. Режимы для оценки толщины

закаленного слоя в зависимости значения микротвердость закаленного слоя на поверхности стали 34ХН1М от времени - t нагрева и напряжение электрического потенциала были следующие: \times - $U_v=320$ В, $t=2$ с; \diamond - $U_v=320$ В, $U_n=180$ В, $t=7$ с; $+$ - $U_v=320$ В, $U_n=180$ В, $t=25$ с; \bullet - $U_v=320$ В, $U_n=180$ В, $t=50$; o - $U_v=320$ В, $U_n=180$ В, $t=60$ с; Δ - $U_v=320$ В, $U_n=180$ В, $t=70$ с.

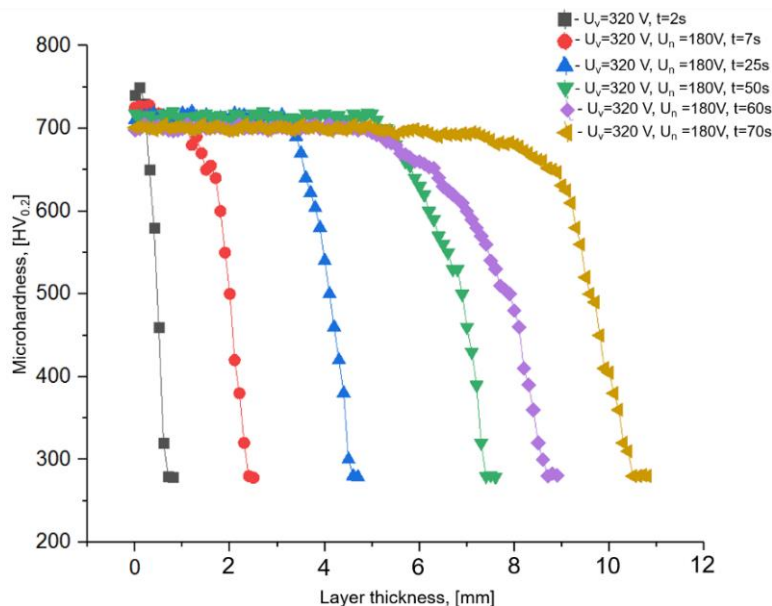


Рисунок 3.11 – Твердость закаленного слоя на поверхности стали 34ХН1М в зависимости от времени - t нагрева и напряжение электрического потенциал

Анализ результатов эксперимента (рисунок 3.11) показывает, что чередование включения электрического потенциала при напряжении $U_1 = 320$ В и $U_2 = 200$ В обеспечивает прогрев поверхности изделия на глубине до 10 мм. При этом максимальная твердость поверхностного слоя (750 HV) практически не зависит от толщины упрочненного слоя. Твердость упрочненного слоя изделия плавно понижается от максимальной (750 HV) к твердости основы (280-300 HV) и, как правило, не зависит от времени нагрева. Периодическое изменение напряженности электрического поля между поверхностями жидкого электрода и изделия изменяет плотность мощности нагрева поверхности, что обеспечивает управление электролитно-плазменным нагревом и создание необходимых термических режимов для формирования закалочных структур.

3.4 Выводы по третьей главе

Таким образом, в данной главе на основе полученных результатов был обоснован выбор оптимального состава электролита, изучено технологические характеристика установки и физико-химические основы процесса поверхностного электролитно-плазменного упрочнения, согласно этому были сделаны следующие основные выводы:

1. Разработан способ упрочнения легированных сталей, который осуществляется в электролите на основе водного раствора карбоната натрия и

карбамида путем локального плазменного воздействия на поверхность обрабатываемого материала при подаче напряжения между обрабатываемым материалом и жидким электролитным катодом 320В в течении 2 сек и охлаждения при отключении напряжения за счет теплоотвода вглубь материала и воздействия направленного потока электролита, находящийся в циркуляционном режиме.

2. Установлено, что описание процесса ЭППУ основано на физико-химических параметрах, которые определяются явлениями в областях нормального и аномального разрядов. В области нормального разряда до напряжения 180В процесс протекает по следующей цепочке: исходная точка → искровые пробои → кипение → газовыделение → бурное кипение → образование ПГО вблизи образца → формирование плазмы, соответственно при напряжении более 180В процесс переходит в область аномального разряда: искровые пробои → стационарное горение плазмы (до 320В) → устойчивое горение плазмы (320В) → (происходит обратный процесс) образуется парогазовая оболочка (до 180В) → затухание свечения катода (180В) → пузырьковое кипение → исходная точка.

3. Теоретически рассчитаны средние значения ПГО и скорости вытекания пара из газоразрядной зоны относительно поверхности электролита, которые имеют значения в области формирования плазмы при напряжении 320В 22 мкм и 57 мкм/с, что согласуется с результатами аналогичных работ.

4. Определен оптимальный состав электролита для электролитно-плазменного поверхностного упрочнения стали 34ХН1М, содержащий 20% карбоната натрия и 10% карбамида, который способствует увеличению микротвердости стали 34ХН1М в 2,9 раза за время обработки 2 с, что является главным преимуществом способа ЭППУ.

5. Выявлено, что в зависимости от технологических режимов, можно получить на поверхности образца закаленный модифицированный слой, который имеет толщину от 0,5 до 10 мм и твердость до 750 НV.

6. Установлено, что контролирование структурно-фазового состояния и толщины модифицированного слоя за счет варьирования времени и температуры нагрева позволяет реализовывать оптимальные технологические режимы для получения различных вариантов физико-механических свойств стали.

Глава 4. ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТНО - ПЛАЗМЕННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО УПРОЧНЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ И СВОЙСТВА ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

4.1 Изменение структурно-фазового состояния легированных сталей при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении

Для определения оптимальных режимов способа ЭППУ и исследования влияния технологических параметров упрочнения на микроструктуру образцов легированных сталей 20X2H4A, 34XH1M и 40XH были проведены металлографические исследования которые также были опубликованы в наших работах [140-143]. Напомним, что электролитно-плазменное поверхностное упрочнение проводилось в режиме с водным раствором электролита с содержанием 20 % карбамида и 10 % карбоната натрия, при напряжении 300 В и времени выдержки 2 секунды, который был установлен как оптимальный.

Были исследованы структурно-фазовые состояния упрочненных поверхностных слоев сталей 20X2H4A, 34XH1M и 40XH. Согласно проведенным металлографическим исследованиям поверхности сталей было установлено, что в исходном состоянии структура стали 20X2H4A состоит из феррита, а сталь 34XH1M имеет ферритно-перлитную структуру, сталь 40XH состоит из структурных составляющих перлита и цементитной сетки. Из полученных данных о структуре сталей в исходном состоянии можно увидеть, что количество зерен феррита убывает, а количество перлита увеличивается в зависимости от концентрации углерода в данных сталях. После ЭППУ во всех исследуемых сталях наблюдается формирование мартенситной структуры (рисунок 4.1 b, d, f). На рисунке 4.1 приведены микроструктуры сталей до и после ЭППУ, где: а – исходное состояние стали 40XH, b – сталь 40XH после ЭППУ 2с, с – исходное состояние стали 34XH1M, d – сталь 34XH1M после ЭППУ 2с, е – исходное состояние стали 20X2H4A, f – сталь 20X2H4A после ЭППУ 2с.

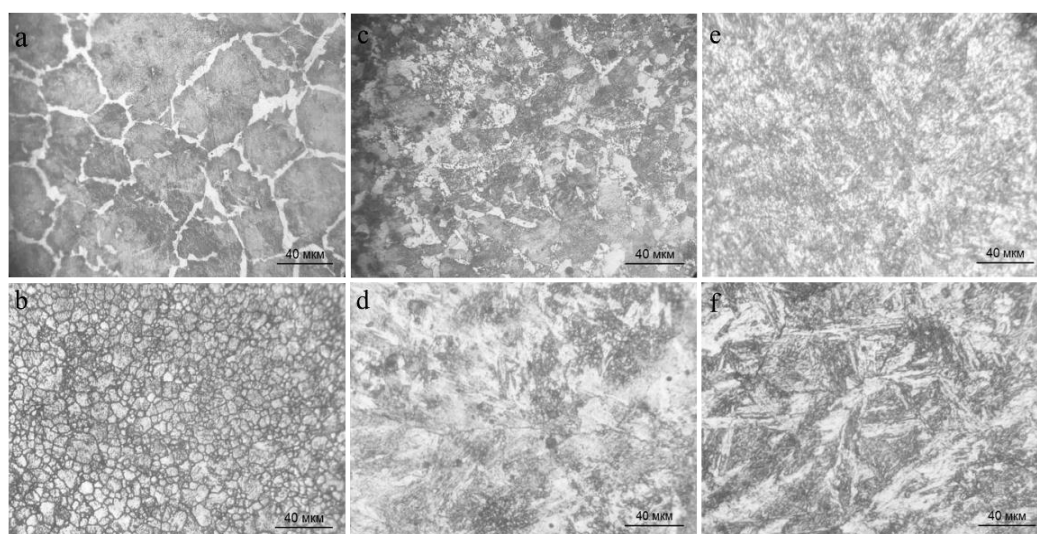


Рисунок 4.1 – Микроструктура поверхности сталей 20X2H4A, 34XH1M и 40XH до и после ЭППУ

Так же на основе известных источников литератур [144-148, 149-151] по термообработке известно, что количество цементита прямо пропорционально содержанию углерода в структуре стали, а образование карбидных структур так же приводит повышению твердости и прочности материала.

Микроструктура поперечных сечений сталей после электролитно-плазменного поверхностного упрочнения приведены на рисунках 4.2-4.3.

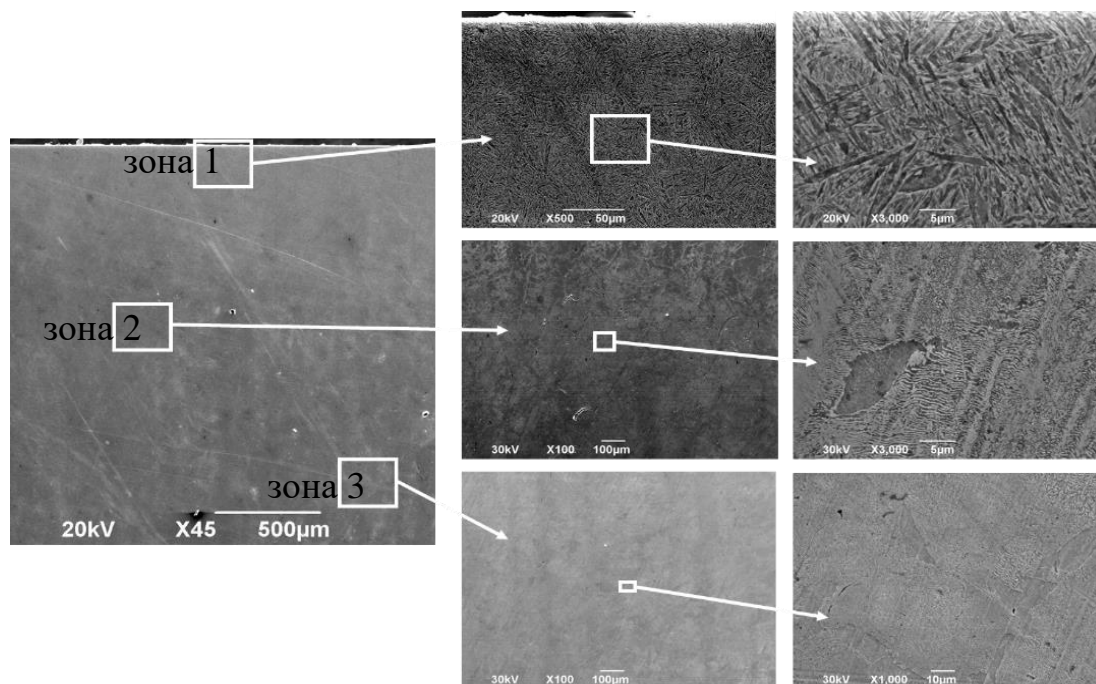


Рисунок 4.2 – Микроструктура поперечного сечения стали 40ХН после ЭППУ

Из рисунка 4.2, полученного с помощью растрового электронного микроскопа видно, что структура поперечных сечений сталей по мере удаления от поверхности в глубь материала условно разделена на 3 зоны: на поверхности наблюдается зона 1 – закаленного слоя; зона 2 – слой термического влияния, которые в совокупности формируют модифицированный слой; зона 3 – матрица. Закаленный слой представляет собой однородную мелкозернистую мартенситную структуру. По мере удаления от поверхности вглубь образца наблюдается формирование неоднородной структуры - зоны термического влияния, которая представляет собой мартенсит и перлит. Затем эта зона переходит к перлитно-ферритной структуре, т.е. к структуре матрицы. Толщина модифицированного слоя стали 40ХН после ЭППУ составляет 1-1,2 мм.

Однако согласно наблюдениям, различие в строении упрочненного слоя и изменение его структуры по мере удаления от поверхности вглубь образца становится еще более заметным при большем увеличении микроснимков (рисунок 4.2-4.3). Такое различие по зональности поперечного снимка можно увидеть и на рисунке 4.3, где показана микроструктура поперечного сечения стали 34ХН1М после ЭППУ. Установлено что, модифицированный слой состоит из

мартенсита, а толщина модифицированного слоя стали 34ХН1М после ЭППУ составляет 1,5 мм.

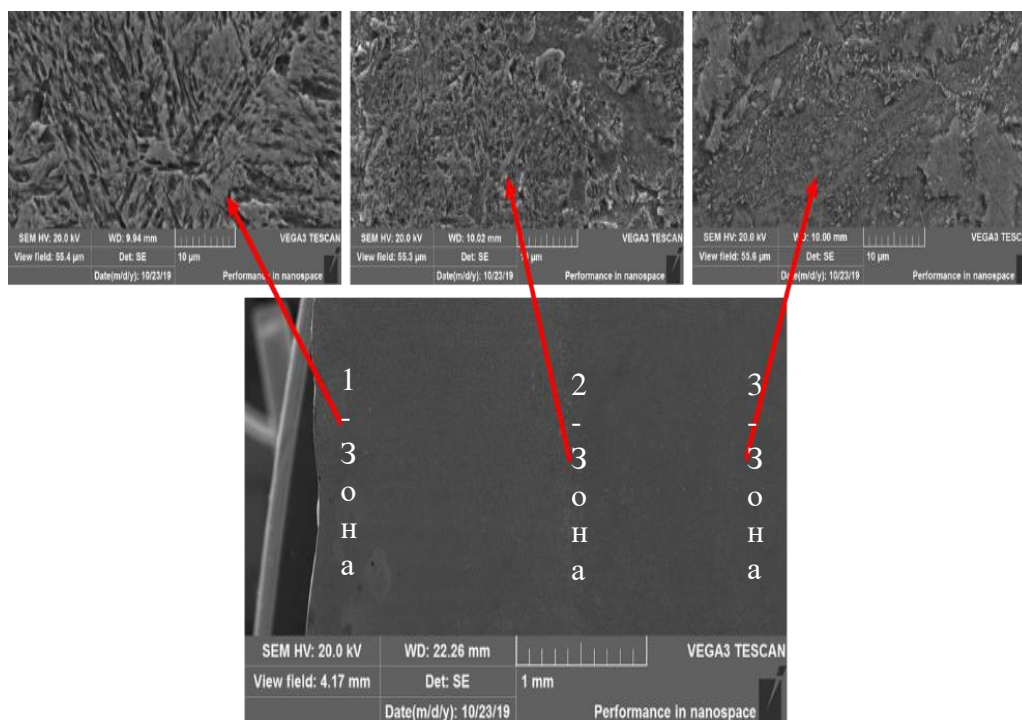


Рисунок 4.3 – РЭМ микрофотографии поперечного сечения стали 34ХН1М после ЭППУ

Как известно из литературных источников по материаловедению [152-157] любая термическая обработка состоит из систем четырех основных превращений. Первая система основана на превращении перлита в аустенит ($P \rightarrow A$), которое осуществляется при нагреве образца выше критической температуры A_1 . Вторая система - превращение аустенита в перлит ($A \rightarrow P$), которое осуществляется при охлаждении ниже A_1 . Третья система заключена в процессе превращения аустенита в мартенсит ($A \rightarrow M$), которое происходит при быстром охлаждении ниже температуры неустойчивого равновесия, а четвертая система основана на превращении мартенсита в перлит ($M \rightarrow P$), которое происходит при любых температурах. По этой же системе превращения происходит формирование мартенситных фаз при электролитно-плазменной поверхностной закалке легированных сталей.

Так же известно [152-157], что при нагреве большинство легирующих элементов растворяются в аустените (A), кроме карбидов титана и ниобия и нескольких других легирующих элементов. Такие карбиды тормозят рост аустенитного зерна при нагреве и обеспечивают получение мелкоигольчатого мартенсита (M) при закалке. Остальные карбидообразующие элементы при нагреве растворяются в аустените, ну а при закалке образуют легированный мартенсит. Таким образом, процесс закалки в плазме электролита так же зависит от легирующих элементов в обрабатываемой стали. Тем не менее формирование и идентификация морфологических составляющих структур в сталях после

ЭППУ является одной из основных задач для установления оптимальных режимов способа ЭППУ, которую может решить с помощью анализа образцов на рентгеновском дифрактометре.

С целью определения фазового состава упрочненного поверхностного слоя были проведены экспериментальные исследования на рентгеновском дифрактометре методом рентгенодифракционного анализа. На рисунке 4.4 представлены рентгеновские дифрактограммы сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М до и после ЭППУ. Согласно рентгеноструктурному анализу установлено (рисунок 4.4а), что в исходном состоянии структура стали 20Х2Н4А состоит из зерен феррита (α -Fe). После ЭППУ на дифрактограммах наблюдаются линии фаз мартенсита (α' -Fe) и цементитной сетки (Fe_3C), а также уширение интерференционных линий от кристаллографической плоскости (110). Уширение интерференционной линии плоскости (110) вероятно связано с ростом плотности дислокаций при формировании мартенсита и определяется главным образом тетрагональностью мартенсита, что согласуется с результатами других авторов [158-160]. На дифрактограммах сталей 40ХН (рисунок 4.4в) и 34ХН1М (рисунок 4.4б) после ЭППУ вместе с основной мартенситной (α' -Fe) фазой наблюдаются небольшие пики аустенита (γ -Fe) и цементита (Fe_3C). Формирование тонком поверхностном слое аустенита при поверхностной закалке вполне закономерно с точки зрения теории термообработки, которое согласуется с известными системами фазовых превращений. Кроме того, это положительно будет влиять на износостойкость этих сталей, что подтверждается нашими экспериментальными результатами, опубликованными в следующих статьях [140-143].

Хочется отметить, что мартенситное превращение при охлаждении происходит не при постоянной температуре, а в определенном интервале температур, при этом превращение начинается не при температуре распада аустенита в равновесных условиях, а несколькими сотнями градусов ниже. Фазовые превращения оканчивается при температуре значительно ниже комнатной. Поэтому, в интервале температур мартенситного превращения в структуре стали, наряду с мартенситом формируется мартенсит.

Таким образом, анализируя полученные результаты можно утверждать, что главным достоинством ЭППУ является возможность получения поверхности сталей модифицированного слоя из мартенсита. При этом основа материала не изменяется, т.е. деталь сохраняет свою вязкую сердцевину. Образование модифицированного слоя из мелкозернистого мартенсита с остаточным аустенитом в поверхностных слоях будет положительно влиять на эксплуатационные свойства деталей.

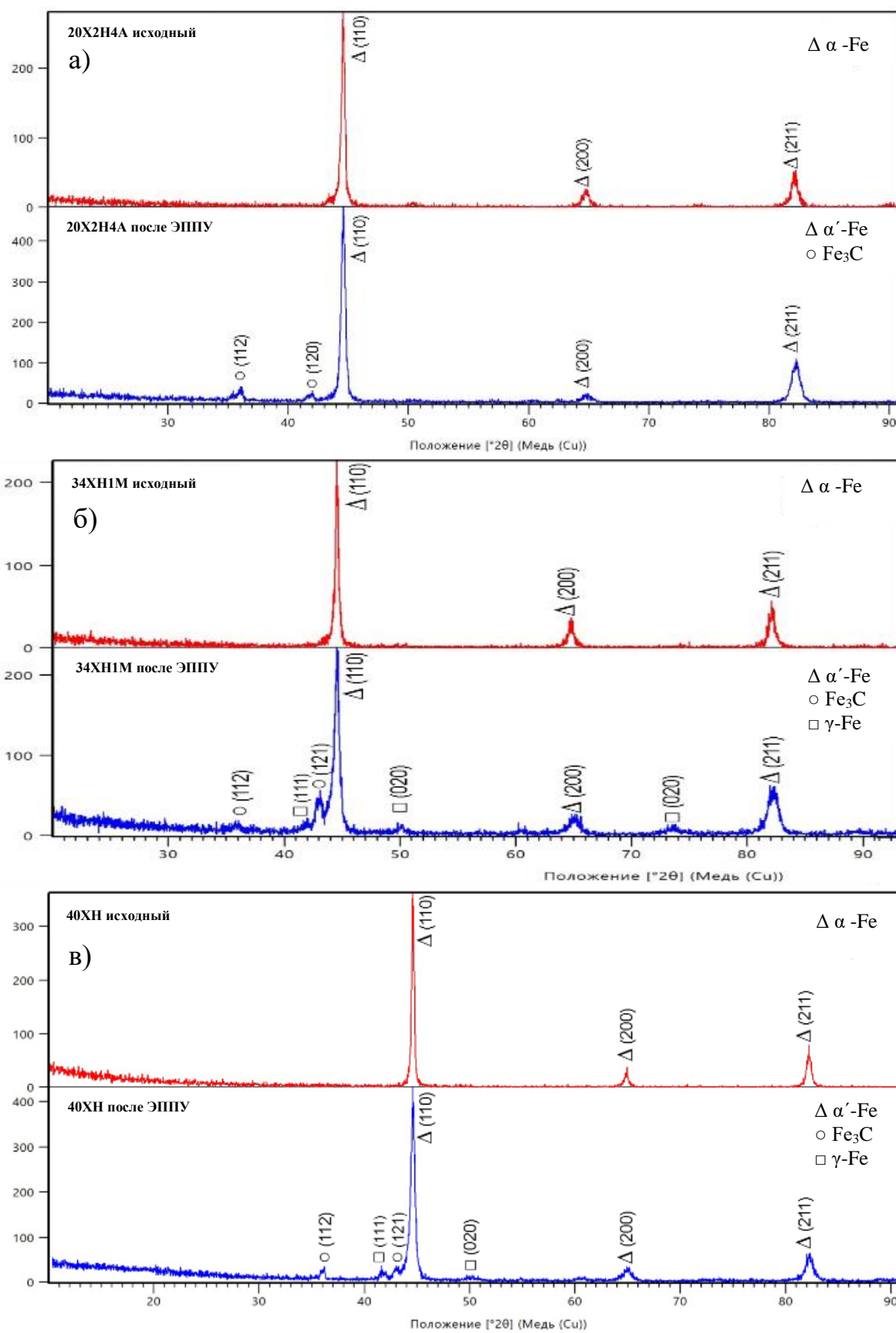


Рисунок 4.4 – Дифрактограммы образцов сталей 20X2H4A, 34XN1M и 40XH

Тем не менее, для оценки относительно количественного значения элементных составляющих упрочненных электролитно-плазменным

воздействием поверхностных слоев сталей, мы провели экспериментальные исследования методом рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа. Согласно этим результатам выявлены изменения элементного состава поверхности, образцов сталей 20X2H4A (рисунок 4.5а-в) и 40ХН (рисунок 4.5б-г) до и после ЭППУ.

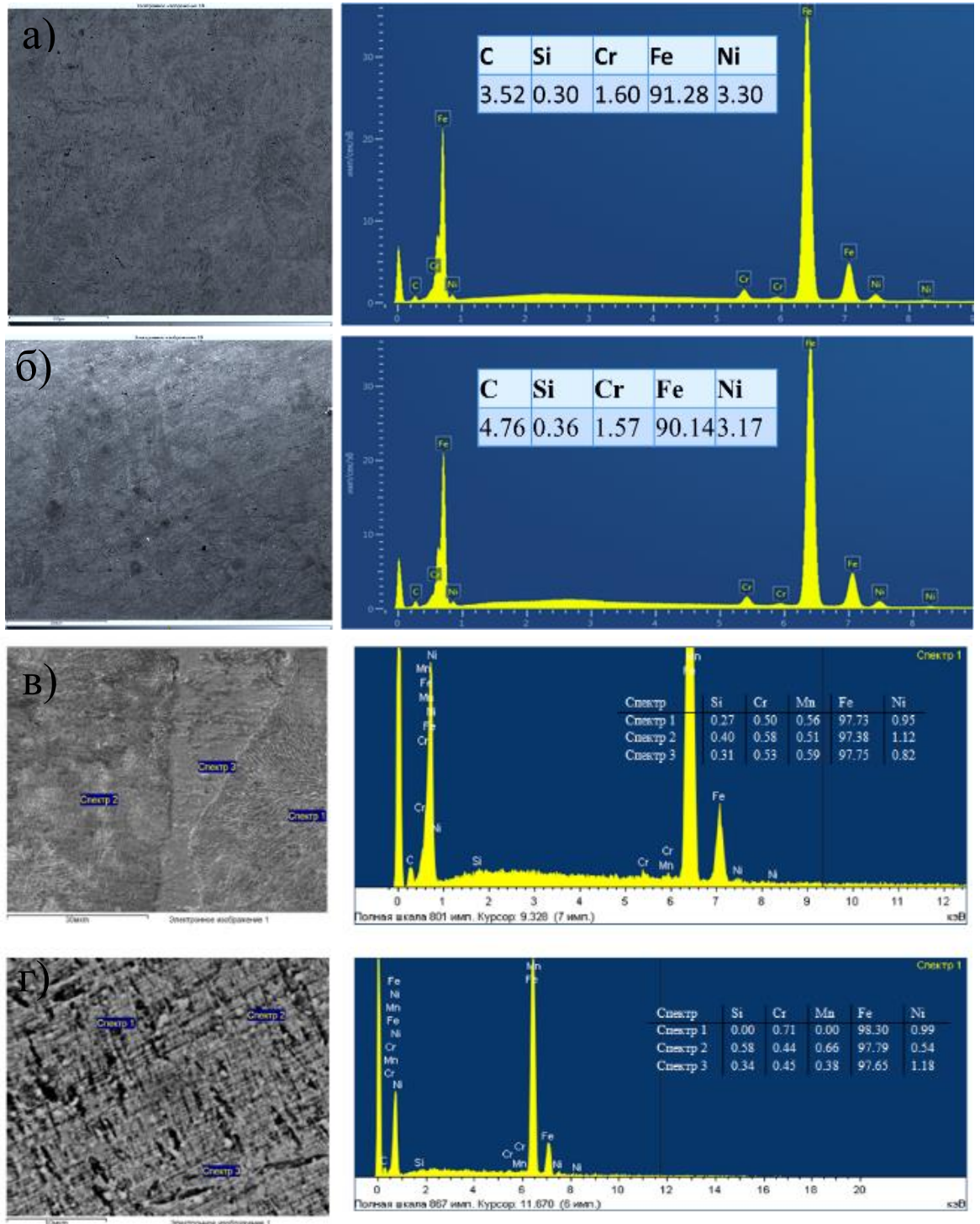


Рисунок 4.5 – Результаты РЭДА поверхности сталей 20X2H4A (а,в) и 40ХН (б,г)

Анализ показал, что после ЭППУ с нагревом в течение 2 с на поверхности

стали 20Х2Н4А наблюдаются светлые кристаллы (рисунок 4.5а), карбидных частицы, идентифицируемые как карбид железа (Fe_3C), что подтверждается рентгенодифракционным анализом. Однако, после ЭППУ у стали 40ХН не наблюдается значительных изменений элементного состава поверхности материала. Хочется отметить, что у рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа, как и у РЭМ анализа имеются некоторые недостатки, а именно в возможности точного определения изменения количественного относительного значения легких элементов, что сказывается на полученных результатах.

Также известно, что с помощью рентгеноструктурного анализа можно обнаружить наличие любой фазы при содержании её в количестве, не менее 2%. Для выявления фаз в меньших количествах необходимо использовать метод просвечивающей электронной микроскопии, который дает представление о морфологии тонкой структуре материала как на качественном так и на количественном уровне.

4.2 Оценка микротвердости и трибологических свойств легированных сталей при электролитно-плазменном модифицировании

Для повышения эксплуатационного ресурса тяжело нагруженных деталей и механизмов, работающих при действии циклических нагрузок и подвергаемых в эксплуатации интенсивному износу, необходимо кардинальным образом изменить подход к созданию требуемого комплекса свойств. Для обеспечения высокой циклической долговечности, высокой износостойкости, снижения чувствительности к концентраторам напряжений необходимо создать в упрочняемом сечении детали градиент свойств, предусматривающий наличие твердой и износостойкой поверхности, вязкой, но прочной сердцевины и сжимающих напряжений в поверхностном слое [161-164]. Реализация такого комплекса свойств возможна при применении метода поверхностной термообработки. В настоящее время, наряду с металлургическими методами и термической обработкой в условиях заводов-изготовителей для повышения срока службы зубчатых колес рассматривается и местное поверхностное упрочнение изнашиваемых поверхностей с использованием различных технологий. Поверхностное термическое упрочнение стальных деталей является одним из наиболее эффективных и действенных способов увеличения ресурса работы нагруженных элементов машин и механизмов, а также снижения их материалоемкости. При этом упрочняют только наиболее нагруженную рабочую поверхность детали, оставляя нетронутой сердцевину [165]. При этом, прогресс в повышении качества термообработки (закалки) рабочих поверхностей деталей связан с применением концентрированных источников энергии: электронного и лазерного луча, плазменной струи. Такие методы позволяют достигать более высокие эксплуатационные свойства и качество упрочнения. В настоящее время для поверхностного термического упрочнения зубчатых колес, изготавливаемых из стали 34ХН1М в промышленности широко применяют высокочастотную, газоплазменную, плазменную, электроннолучевую и лазерную обработку [166,

167]. При этом из всех существующих способов упрочнения по своим технико-экономическим показателям и результатам сравнительного анализа рекомендована плазменная поверхностная закалка. Основной отличительной особенностью метода плазменного поверхностного упрочнения является возможность получения скоростей нагрева и охлаждения материалов, на несколько порядков превышающих значения, характерные для традиционных методов упрочнения (печной закалки, закалки ТВЧ, газопламенной закалки и др.), что способствует получению упрочненных слоев с недостижимым ранее уровнем эксплуатационных свойств [168-170]. Образующиеся при этом структуры закалочного типа обладают высокой твердостью, износостойкостью и сопротивлением разрушению.

Измерение микротвердости поверхности и поперечного сечения образцов сталей проводили на приборе ПМТ-3 в соответствии с ГОСТ 9450–76, при нагрузке на индентор $P=1$ Н и времени выдержки 10 секунд. На рисунке 4.6 представлены результаты микротвердости поверхности сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М, которые после ЭППУ имеют значения 440,7 НВ, 742 НВ и 542 НВ соответственно. Согласно сравнениям установлено, что в среднем значение поверхностной микротвердости сталей 40ХН и 20Х2Н4А увеличено в 2,2 раза, а у стали 34ХН1М выросло в 2,6-3 раза.

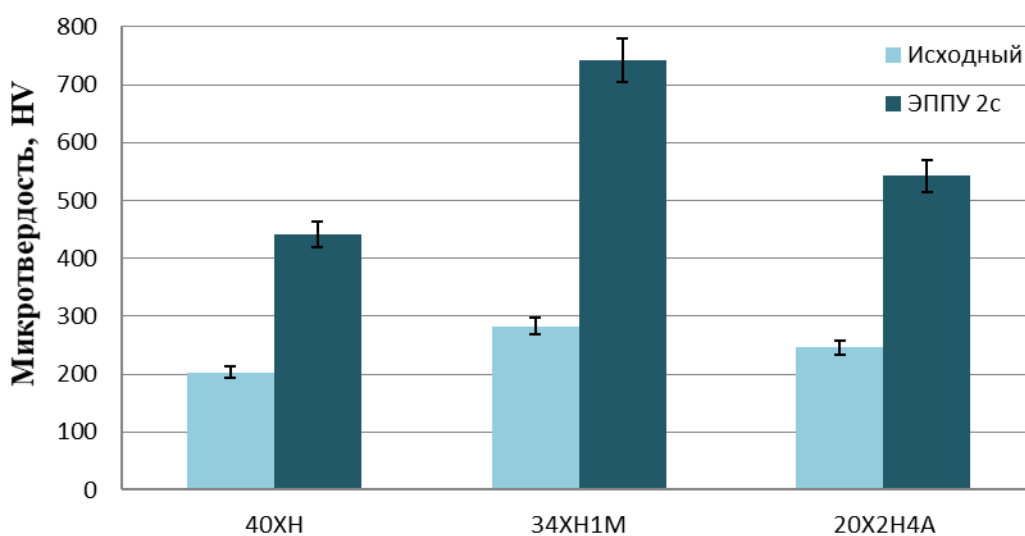


Рисунок 4.6 - Микротвердость сталей 40ХН, 20Х2Н4А, 34ХН1М до и после ЭППУ

Однако, хочется отметить что полученные нами значения поверхностной микротвердости при плазменных закалках не являются максимально возможными, они могут иметь более высокие значения. Это объясняется недостаточно высокой скоростью охлаждения для небольшого образца.

Нами проведена комплексная оценка микроструктуры и распределения микротвердости поперечного сечения образцов сталей после ЭППУ, результаты которых отображены на рисунках 4.7-4.8. Согласно, оптической микрофотографии поперечного сечения образцов сталей 20Х2Н4А (рисунок 4.7а) и 34ХН1М (рисунок 4.8а) после ЭППУ, видно, что фрагмент закаленного слоя

имеет мелкозернистую структуру, переходящую к более крупной структуре зоне термического влияния и далее к матрице образца. Толщина модифицированного слоя сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М в среднем примерно составляет 600-3000 мкм. Как уже было описано в предыдущем пункте, в общем микроструктуру условно можно разделить на три зоны: 1 – зона интенсивных структурных превращений, закаленный слой; 2 – зона термического влияния; 3 – зона, имеющая структуру исходной матрицы, здесь зоны 1 и 2 в совокупности формируют зону модифицированного слоя.

На рисунке 4.7б показан график изменения микротвердости по глубине образца стали 20Х2Н4А, обработанного ЭППУ. Данные микротвердости подтвердили образование мартенситной структуры (α' -Fe). Видно значительное увеличение микротвердости вблизи поверхности. Характер переходной зоны имеет плавный переход от упрочненного слоя к основе, при этом, микротвердость зоны термического влияния незначительно меньше, чем основы, а микротвердость основы не изменяется.

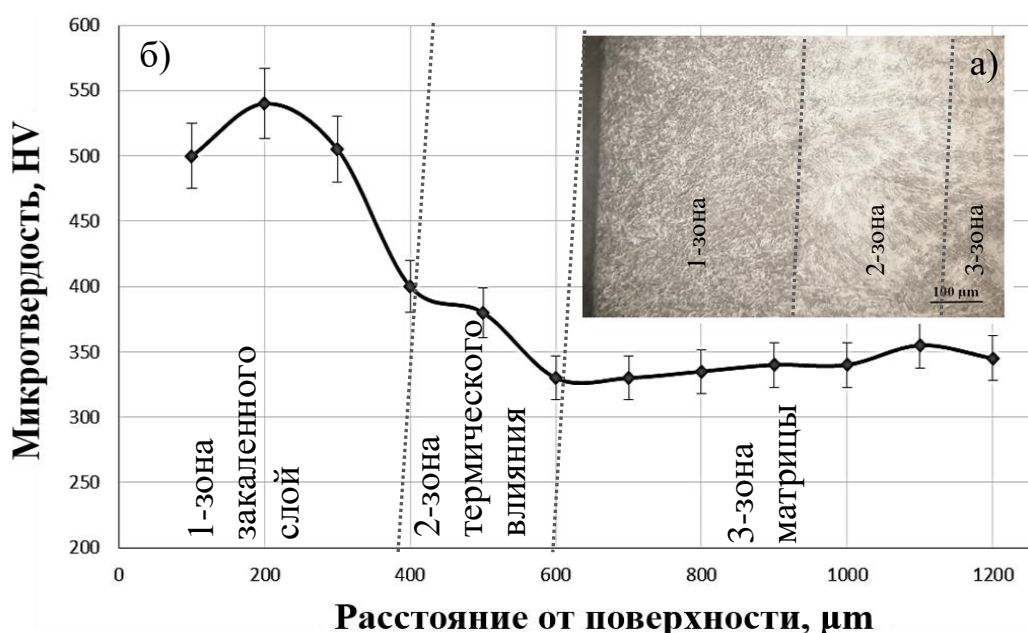


Рисунок 4.7 – График распределения микротвердости по глубине (б) и микроструктура (а) поперечного сечения стали 20Х2Н4А после ЭППУ

Микрофотография (рисунок 4.8а) поперечного слоя и график распределения микротвердости по глубине (рисунок 4.8б) образца стали 34ХН1М, обработанного ЭППУ приведены на рисунке 4.8, где можно наблюдать что наибольшее упрочнение произошло на глубине до 1,7 мм, здесь значения микротвердости варьируются в диапазоне 650-750 HV, который почти в 3 раза превышает уровень микротвердости матрицы стали, благодаря формированию мартенсита в структуре. Эти результаты согласуются со сведениями других исследователей в области поверхностной плазменной закалки [171-173], которые анализируя структурно-фазовые превращения и распределения микротвердости по поперечному сечению и сравнивая значения с исходными параметрами

делают заключения, что технологии, позволяющие получить такие результаты рассматриваются как средство, предназначенное для упрочнения поверхности металлических изделий.

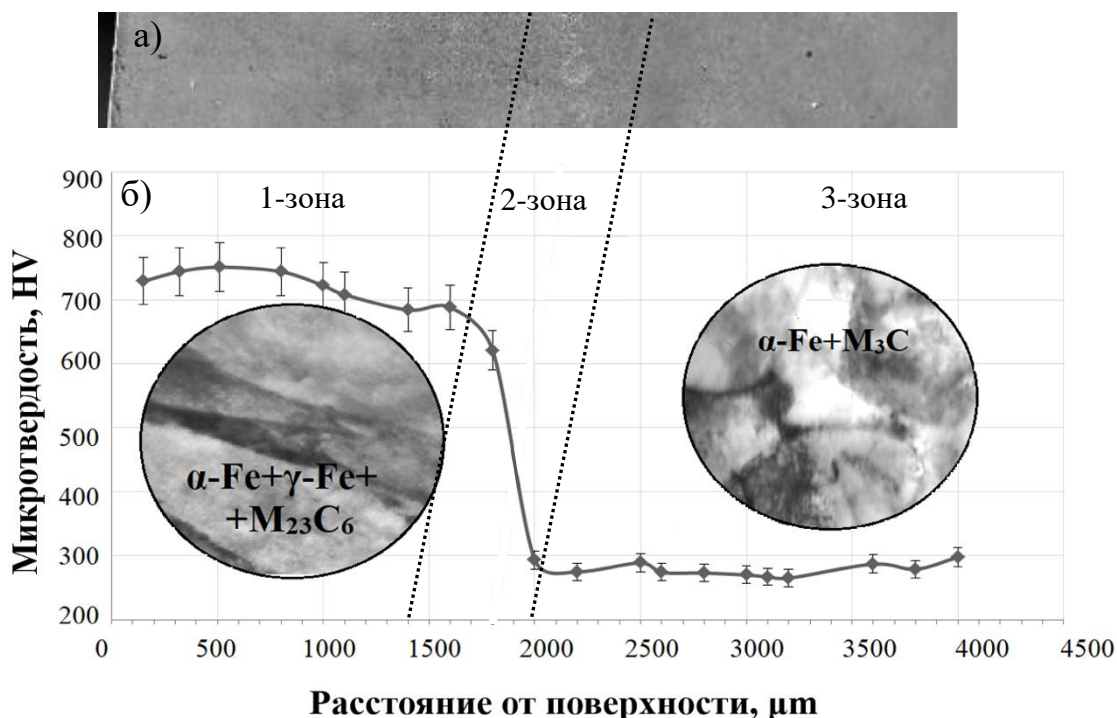


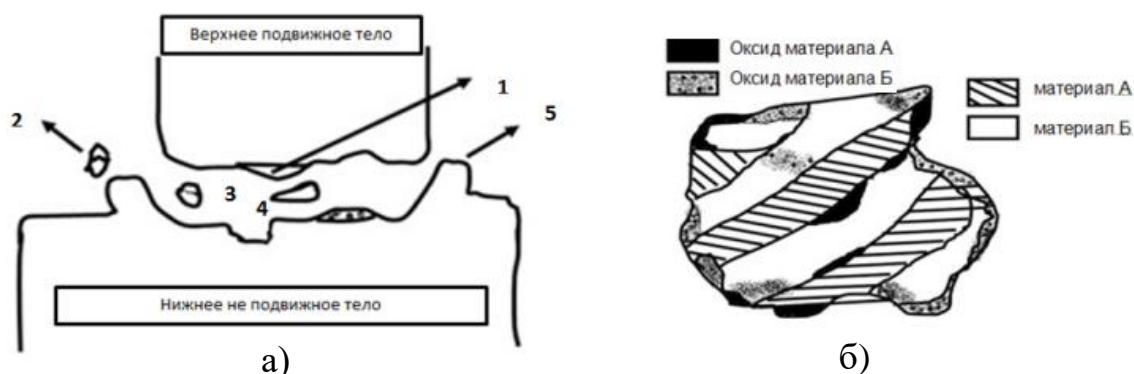
Рисунок 4.8 – График распределения микротвердости по глубине (б) и микроструктура (а) поперечного сечения стали 34ХН1М после ЭППУ

Также, характерное снижение значения микротвердости во 2-зоне – зоне термического влияния отмечено многими исследователями [171] и объясняется относительно повышенным содержанием остаточного аустенита в этом слое. Однако, устойчивость аустинита является низкой, при рабочих нагрузках он распадается с образованием мартенсита, поэтому этот факт, как утверждают исследователи не приведет к снижению износостойкости материала.

Изнашивание – достаточно сложное явление, включающее большое разнообразие механизмов, которые далеко не всегда действуют отдельно и независимо. Тем не менее, довольно часто существует ведущий механизм, ответственный за вид и интенсивность изнашивания. Изнашивание зависит от большого числа факторов, включая нагрузку, скорость скольжения, температуру, свойства трущихся материалов, смазку, параметры окружающей среды и т.д.

Общеизвестно, что количество материала, удаленного с поверхности трения, измеряется в единицах длины (например, толщина изношенного слоя Δh), объема ΔV или массы ΔM , и в этих случаях износ называется линейным, объемным или массовым соответственно. Величина износа, отнесенная к единице пути трения, называется интенсивностью изнашивания. В случае линейного износа интенсивность изнашивания является безразмерной величиной. В отечественной литературе используется также понятие скорости

изнашивания как величины износа за единицу времени. При постоянной скорости скольжения интенсивность и скорость изнашивания различаются лишь постоянным множителем, скоростью скольжения [174].



а – модель износа, б – модель частицы износа: 1 – адгезия частиц нижнего неподвижного тела на верхнем подвижном теле, 2 – частица износа покрытая оксидной пленкой (пример внешнего вида на рис. 2) после контакта с кислородом, 3 – третье тело в зоне контакта, 4 – деформация третьим телом более мягкого материала, 5 – объемная пластическая деформация в зоне контакта

Рисунок 4.9 – Упрощённая схема модели износа [174]

Таким образом, результат общего процесса изнашивания и связанные с ним изменения геометрических параметров контактирующих при трении поверхностей, называется – износ, схематическая модель которого приведена на рисунке 4.9, где на рисунке 4.9а представлена модель износа, а на рисунке 4.9б показана модель частицы износа.

Известно, что с нагрузкой и длительностью процесса трения значение износа возрастает, а чем тверже трущийся материал, тем меньше износ и т.д, однако даже эти почти очевидные закономерности имеют свои исключения. Как правило такие исключения не подтверждаются экспериментально, но в основном являются следствием модели износа, предложенной Хольмом и Арчардом. Тем не менее многие авторы и в том числе Ю.М. Лужнов, Ю.Н. Калачёв, В.Д. Александров, М.В. Морщилов в своих трибологических исследованиях делают заключения основываясь на разработанной модели М.М. Хрущовым, Б.И. Костецким и И.В. Крагельским. Эта модель износа допускает дискретность контакта двух шероховатых поверхностей, т.е. она состоит из отдельных пятен контакта, сформированных неровностями сопряженных поверхностей. При этом площадь отдельного пятна вначале возрастает от нуля до своего максимального значения $\pi \cdot a^2$ (здесь a – наибольший радиус пятна контакта), а затем убывает до нуля. На этих пятнах возникают адгезионные связи (мостики сварки), разрушение которых и составляет всю сущность рассматриваемого процесса изнашивания. Кроме того, предполагается, что локальная деформация неровностей носит пластический характер. Далее в процессе скольжения происходит непрерывное формирование и разрушение адгезионных связей. При

этом может происходить отделение частиц материала неровностей. Объем каждого такого фрагмента (частицы износа) зависит от характерного размера адгезионной связи, его породившей.

Наиболее распространённой характеристикой процесса изнашивания является интенсивность изнашивания, представляющая отношение износа ΔI к пути ΔS , на котором происходило изнашивание, или к объёму работы ΔA , при выполнении которой накоплен износ

$$I = \frac{\Delta I}{\Delta S} \text{ или } I = \frac{\Delta I}{\Delta A} \quad (4.1)$$

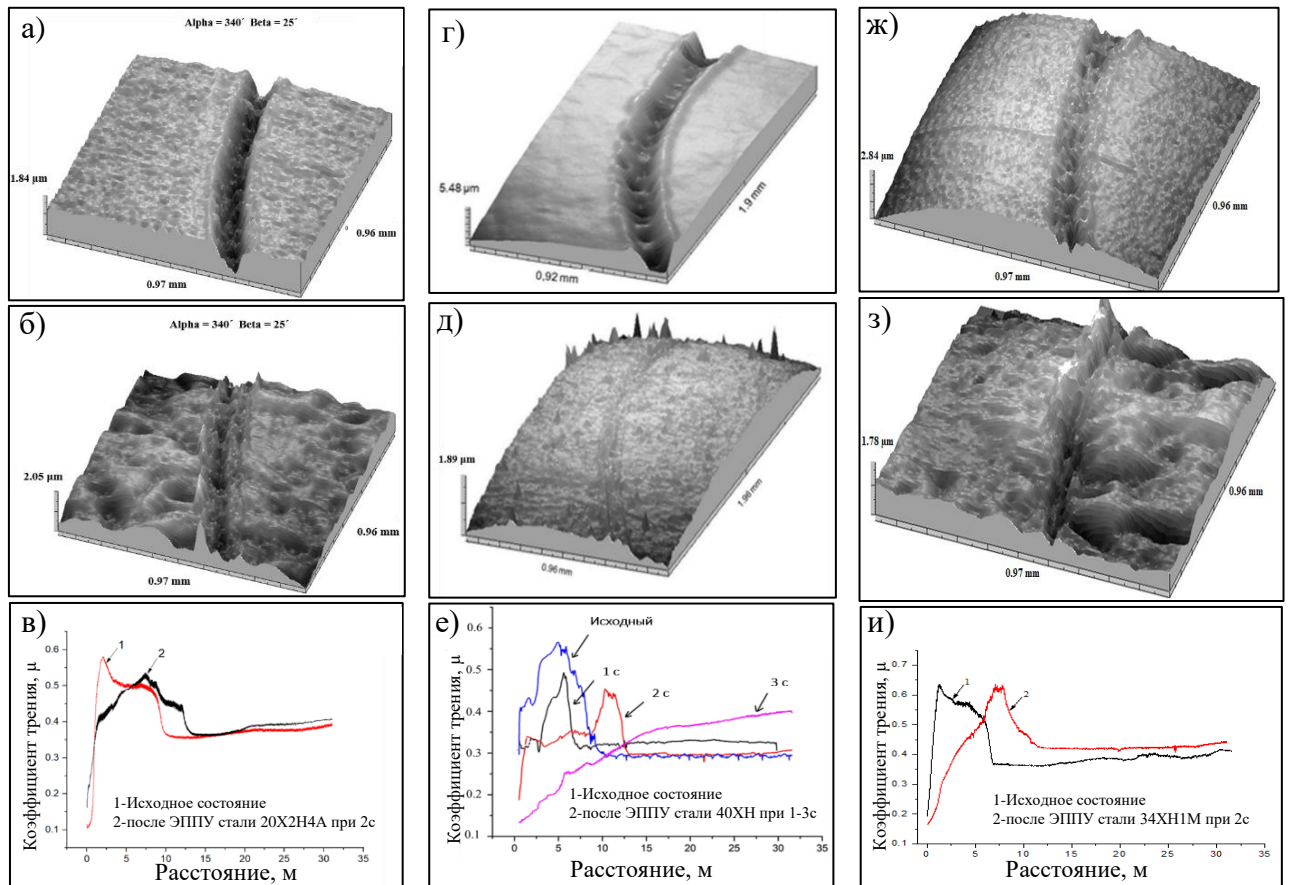
Вполне уместно считать, что частицы износа появляются не на всех пятнах контакта, а лишь на некоторой части их, скажем k . Заметим, что коэффициент k может также учитывать геометрическое подобие частиц износа и области деформирования пятен контакта. Следовательно:

$$I = \frac{kP}{H}. \quad (4.2)$$

Это уравнение изнашивания, часто называемое уравнением Арчарда, показывает, что интенсивность изнашивания I прямо пропорциональна нормальной нагрузке P и обратно пропорциональна твердости более мягкого материала H . Константа K , обычно называемая коэффициентом износа, безразмерна и всегда меньше единицы.

Трибологические испытания на трение скольжения проводили по стандартной методике «шар-диск» согласно международному стандарту ASTM G 99. В качестве контртела использовали шарик диаметром 6,0 мм, из сертифицированного материала – Al_2O_3 . Испытания проводили при нагрузке 1 Н и линейной скорости 2 см/с, радиусом кривизны износа 6 мм, путь трения составлял 25 м. С помощью профилометра были сделаны снимки дорожек износа образцов стали. Трибологические характеристики модифицированного слоя характеризовались интенсивностью и объемом изнашивания, также коэффициентом трения.

На рисунке 4.10 приведены результаты трибологических испытаний образцов сталей 20Х2Н4А, 40ХН и 34ХН1М на трение скольжение по схеме «шар-диск». Как известно из теории изнашивания, в процессе скольжения происходит непрерывное формирование и разрушение адгезионных связей с отделением частиц материала неровностей формируя в результате дорожку износа. Изображение фрагментов таких дорожек износа исходных (рисунок 4.10 а, г, д), обработанных (рисунок 4.10 б, д, з) образцов и график изменения коэффициента трения (рисунок 4.10 в, е, и) поверхности образцов сталей 20Х2Н4А, 40ХН и 34ХН1М приведены на рисунке 4.10.



а, г, д - изображение фрагментов дорожки износа исходных и б, д, з - обработанных образцов; в, е, и - график изменения коэффициента трения поверхности образцов сталей 20X2H4A (а, б, в), 40XH (г, д, е) и 34XH1M (ж,з,и)

Рисунок 4.10 – Результаты трибологических испытаний образцов сталей 20X2H4A, 40XH и 34XH1M на трение скольжение

Таким образом, из доступной литературы о теории изнашивания известно, что износ многих узлов трения действительно пропорционален пути скольжения. Исключения могут наблюдаться в начале скольжения (при приработке), когда интенсивность изнашивания может быть выше или ниже своего установившегося значения в зависимости от характера процесса приработки. Что касается прямой пропорциональности интенсивности изнашивания нормальной нагрузке, то для многих систем она наблюдается лишь в ограниченном диапазоне нагрузок. Более того, с увеличением нагрузки интенсивность изнашивания может резко возрасти и затем вновь снизиться, именно такое характерное поведение мы наблюдаем в наших исследованиях по трибологическим характеристикам поверхности материалов после электролитно-плазменной поверхностной закалки, которые приведены на рисунке 4.10 в, е, и.

Износостойкость образцов охарактеризовали интенсивностью изнашивания и объемом износа образцов стали 20Х2Н4А, 40ХН и 34ХН1М до и после ЭППУ. Из таблицы 4.1 видно, что упрочненные образцы показывают уменьшение значений интенсивности и объема изнашивания по сравнению с исходными образцами, значение этих параметров по всем материалам в среднем уменьшилось в 5,3 и 3,2 раза. Анализируя корреляционную таблицу определено, что самый хороший показатель изменения трибологических параметров после ЭППУ приходится на ферритную сталь 20Х2Н4А, для которой так же коэффициент трения до и после упрочнения остается неизменным, тем не менее улучшение трибологических характеристик относительно всех испытуемых образцов наблюдается у стали 34ХН1М, что вероятнее всего связано с образованием мартенситной структуры этой стали после закалки.

С помощью профилометра были сделаны снимки дорожек износа образцов сталей 20Х2Н4А, 40ХН и 34ХН1М до (рисунок 4.10 а, г, д) и после (рисунок 4.10 б, д, з) ЭППУ. Оценивая износостойкость образцов на основании главных структурных составляющих и геометрических параметров дорожек износа, можно сказать, что глубина дорожки образцов после ЭППУ значительно меньше по сравнению с необработанными образцами, а главное наиболее существенный износ наблюдается у ферритной стали 20Х2Н4А, ну а у сталей 40ХН и 34ХН1М со структурой мартенсита и аустенита наблюдается уменьшение значения износа, результаты которой согласуются с работой [175]. Форма неровностей в общих чертах еще раз доказывает улучшение трибологических характеристик испытуемых образцов.

Таблица 4.1 – Корреляционная таблица результатов исследования микротвердости и трибологических характеристик сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А

Наименование образцов сталей	Микро-твердость, НV	Коэффиц иент трения, μ	Интенсивность изнашивания, $(\text{мм}^3 / \text{Н} \times \text{м})$	Объем износа, мкм^3
40ХН исходный	203±6,1	0,36±0,01	2,9±0,09	3,03±0,09
40ХН после ЭППУ 2с	440,7±13,2	0,35±0,01	0,28±0,01	0,7±0,02
34ХН1М исходный	283±8,5	0,44±0,01	1,08±0,03	1,05±0,03
34ХН1М после ЭППУ, 2 с	742±22,3	0,37±0,01	0,32±0,01	0,6±0,02
20Х2Н4А исходный	246±7,4	0,4±0,01	2,39±0,07	2,73±0,08
20Х2Н4А после ЭППУ, 2 с	542±16,3	0,4±0,01	1,17±0,04	0,81±0,02

Обнаружено, что помимо увеличения твердости поверхностного слоя, ЭППУ снижает шероховатость поверхности, что ведет к снижению сил трения во время работы, а значит и увеличению её долговечности.

Испытания на абразивное изнашивание. Испытания проводились в соответствии с тестом ASTM G65 «Стандартная методика измерения

абразивного истирания при помощи установки «Сухой песок/Резиновое колесо» и ГОСТ 23.208–79 «Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытания материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы».

Исследование износостойкости проводили на установке для испытаний на абразивное изнашивание образцов при трении о не жестко закрепленные абразивные частицы согласно ГОСТ 23.208-79.

Износостойкость образцов оценивали путем сравнения потери массы до и после обработки. Относительную износостойкость стали определяли по формуле:

$$K_{\text{Изн}} = \frac{\bar{g}_{\text{Э}} \rho_{\text{И}} N_{\text{И}}}{\bar{g}_{\text{И}} \rho_{\text{Э}} N_{\text{Э}}}, \quad (1)$$

где $\bar{g}_{\text{Э}}$, $\bar{g}_{\text{И}}$ – средние значения потерь массы при испытаниях эталонного образца и образцов исследуемого материала, (г); $\rho_{\text{Э}}$, $\rho_{\text{И}}$ – значения плотности эталонного и исследуемого материала, (г/см³); $N_{\text{Э}}$, $N_{\text{И}}$ – количество оборотов ролика при испытаниях эталонного и исследуемого материалов.

Используя полученные результаты относительной потери массы при разных значениях продолжительности обработки, определили скорость изнашивания обработанных образцов:

$$g = \frac{K_{\text{Изн}}}{\tau} \quad (2)$$

Результаты испытаний образцов после абразивного изнашивания приведены в таблице 4.2. Видно, что абразивная износостойкость сталей с содержанием углерода до 0,4 % С закономерно возрастает по мере увеличения концентрации хрома Cr от 0,45 до 1,7 %. С уменьшением концентрации никеля так же монотонно увеличивает микротвердость поверхности образцов. Помимо этого в таблице 4.3 приведены результаты расчета коэффициента упрочнения который был рассчитан по широко используемой формуле:

$$K_{\text{упр}} = \frac{H_{\text{упр}}}{H_{\text{исх}}} \quad (3)$$

где $H_{\text{исх}}$ - значение микротвердости исходного, $H_{\text{упр}}$ - значение микротвердости после ЭППУ сталей.

Изменения коэффициентов относительной износостойкости и упрочнения приведены на рисунке 4.11. Видно, что с увеличением содержания хрома в сталях коэффициент упрочнения нормализуется, что объясняется стабилизацией аустенита и соответственно уменьшением вклада образования мартенсита деформации в упрочнение поверхности при абразивном изнашивании.

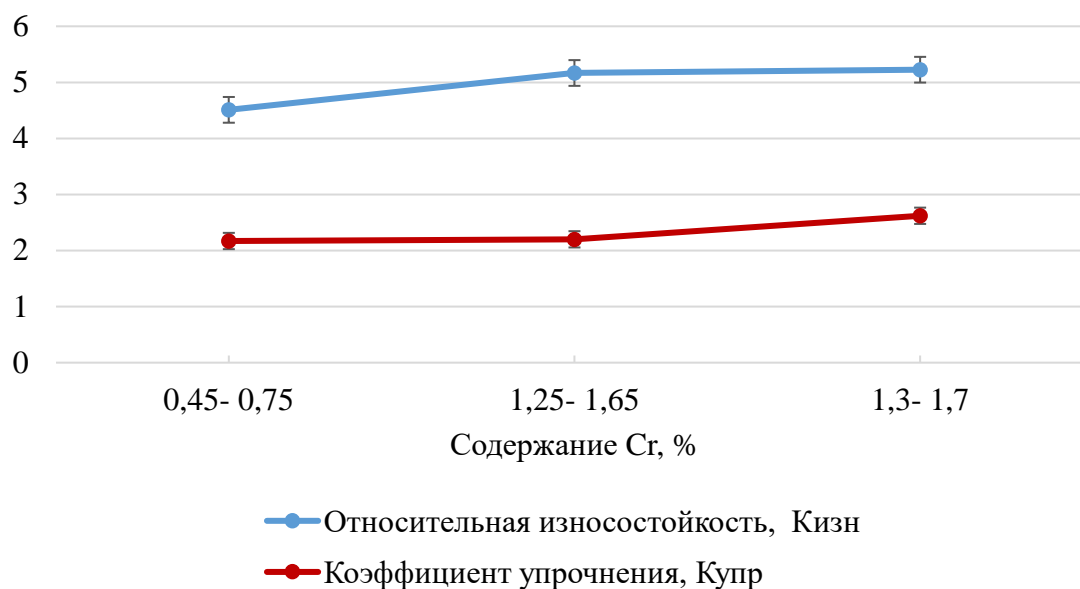


Рисунок 4.11 – Изменение коэффициентов упрочнения и относительной износостойкости поверхности после ЭППУ от содержания хрома Cr, % в стали

Таблица 4.2 – Корреляционная таблица результатов исследования фазового состава, твердости и абразивного изнашивания сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А

Наименование образцов сталей	Фазовый состав	Микротвердость, НВ	Потеря массы, мг	Относительная износостойкость ($K_{изн}$)	Коэффициент упрочнения, ($K_{упр}$)
40ХН исходный	α -Fe	203±6,1	38,5±	1,90±1,2	2,17±0,06
40ХН после ЭППУ 2с	α' - Fe, γ -Fe, M_3C	440,7±13,2	29,6±	4,51±0,1	
34ХН1М исходный	α - Fe	283±8,5	36±	1,70±0,05	2,62±0,08
34ХН1М после ЭППУ, 2 с	α' - Fe, γ -Fe, M_3C	742±22,3	20,6±	5,23±0,2	
20Х2Н4А исходный	α - Fe	246±7,4	36,4±	2,82±0,1	2,20±0,07
20Х2Н4А после ЭППУ, 2 с	α' - Fe, γ -Fe	542±16,3	20,5±	5,17±0,15	

Примечание: α - Fe – феррит, α' - Fe - мартенсит, γ - Fe - аустенит, M_3C – карбид (цементит)

Таким образом, значительное влияние на абразивную износостойкость сталей мартенситных классов оказывает структура матрицы. Согласно литературным источникам, считалось, что оптимальной структурой стали, работающей в условиях абразивного изнашивания, является мартенсит или мартенсит с равномерно распределенными в нем карбидами, однако наличие в структуре аустенита не допускалось. Сейчас же установлено, что в определенных условиях изнашивания предпочтение следует отдать не мартенситной (α' - Fe), а комплексной - мартенситно-аустенитной (α' -Fe+ γ -Fe) или мартенситно-аустенитно-карбидной (α' -Fe+ γ -Fe+ M_3C) структурам, несмотря на более средний уровень их твердости, чем у мартенситной структуры сталей.

Преимущества сталей с мартенситной-аустенитно или мартенситно-аустенитно-карбидной структурой заключаются в лучшей пластичности, в способности релаксировать микронапряжения и передеформироваться при изнашивании, также известно, что аустенит лучше, чем мартенсит удерживает от выкрашивания залегающие в нем карбиды. Необходимым условием обеспечения такого эффекта является нестабильность аустенита — его способность претерпевать аустенитно-мартенситное превращение в ходе пластической деформации протекающей на поверхностях трения под воздействием абразивных частиц.

Коррозионные испытания. Слово «коррозия» переводится от латинского «corrosio» — «разъедание», поэтому коррозию можно определить, как разрушение материала в результате химического или электрохимического взаимодействия металла с окружающей средой. Как известно [176], разрушение большинства металлов, происходящее по физическим причинам, а именно как эрозия, или износ, поэтому химическое воздействие часто сопровождается физическим или механическим разрушением, например, коррозионная эрозия, коррозионная усталость или фреттинг-коррозия. Различают два вида коррозии: химическую и электрохимическую. Параметр определяемый устойчивостью металла к коррозии называется коррозионная стойкость.

Коррозия, как одна из самых серьезных проблем промышленности, вызывает ущерб, исчисляемый десятками миллиардов тенге в год. Основной причиной коррозии является термодинамическая неустойчивость металлов. Металлы, как правило, возвращаются к своим природным состояниям через процессы коррозии. Состояние всех металлов, полученных из руды, в атмосферных условиях (наличие влаги, кислорода), а также в ряде коррозионных сред (растворах кислот и солей) термодинамически неустойчиво, т.к. в результате коррозии их свободная энергия уменьшается и тем сильнее, чем выше склонность металла к коррозии.

Реальная скорость коррозии металлов определяется не только их термодинамической устойчивостью, но и торможением этого процесса, связанного с поляризацией электродных процессов. Поляризация может наблюдаться на анодных или катодных участках поверхности металла. Наиболее сильное торможение анодного или катодного процесса вызывается пассивацией — состоянием повышенной коррозионной стойкости металла или сплава. Возможность пассивации оценивается экспериментально, при снятии анодных или катодных поляризационных кривых — зависимостей тока коррозии от потенциала поляризации.

Все коррозионностойкие стали и сплавы пассивируются в рабочих средах, причем наиболее высокой стойкостью обладают те стали, которые имеют более широкий интервал потенциалов пассивации и минимальное значение тока пассивации. Возникновение пассивного состояния зависит от природы металла, свойств внешней среды и действия внешних факторов (концентрация раствора, температура, механические напряжения и т.д.). Из многих теорий наиболее обоснованной следует считать адсорбционно-пленочную теорию, согласно

которой торможение анодного или катодного процесса растворения (ионизации) металла обусловлено образованием на его поверхности тонких адсорбционных, а чаще и более утолщенных слоев оксидной или гидроксидной природы.

Также, в зависимости от свойств среды и условий взаимодействия различают следующие виды коррозии: атмосферную, морскую, подземную, контактную, биокоррозию и др.; в зависимости от характера разрушения – равномерную, избирательную, питтинговую, щелевую, межкристаллитную, ножевую и др. [176].

Согласно литературным источникам [177, 178] изучение равномерной коррозии металлов и количественного выражения ее скорости коррозии определяется на основании применяемого метода исследования, имеющейся измерительной аппаратуры, необходимой точности измерений и т.д., в то время как в случае неравномерной местной коррозии металла выбор показателя коррозии имеет существенное значение, например, точечная коррозия (питтинговая) может быть выражена количественно только с помощью показателя склонности к коррозии, очагового и глубинного.

Поскольку приблизительно 80% коррозионных разрушений металлических конструкций протекает по электрохимическому механизму, исследование коррозионных процессов необходимо проводить электрохимическими методами, не изменяя механизма коррозионного процесса. Электрохимическая коррозия металлов представляет собой самопроизвольное разрушение металлических материалов вследствие такого электрохимического взаимодействия их с электролитически проводящей средой, при котором ионизация атомов металла и восстановление окислительного компонента происходят в различных актах и скорость этих процессов зависит от потенциала металла.

Процесс измерения коррозионных характеристик сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А проводили в автоматическом режиме при регулировании поляризующего напряжения/тока в цепи рабочего электрода по задаваемой программе в трехэлектродной электрохимической ячейке. Электрод сравнения служил хлорсеребряный электрод, в качестве вспомогательного – стеклографитовый стакан. Скорость подачи потенциала составила: 5 мВ/с, $\eta = E_{\text{стац}} \pm 300\text{мВ}$. Для того, чтобы сила тока была меньше, площадь поверхности самого рабочего электрода была меньше, $s = 4 \text{ см}^2$.

Для исследования образцов на коррозионную стойкость была проведена определенная пробоподготовка: припаяны медные провода сечением 3 мм на каждый образец с исходной изоляцией, далее образец покрывался лаком в несколько слоев с сушкой по каждому слою, при этом, оставалась непокрытая площадь образца (20% от общей площади) для проведения исследований. На приборе обеспечивалось заданное изменение потенциала/тока путем формирования стабилизированных напряжения и силы постоянного тока, которые не зависели от процессов, происходящих в электрохимической ячейке. При исследовании коррозионной стойкости использовали шкалу зависимости

логарифма тока от потенциала. В целом, согласно полученным результатам, приведенным в таблице 4.3 стойкость к коррозии по всем образцам выросла.

Таблица 4.3 – Корреляционная таблица результатов исследования коррозионной стойкости сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А

№	Образец	Фазовый состав	Микро- твердость, НV	$m_{\text{корр}}$, Г	$R_{\text{корр}}$, см/год
1	40ХН исходный	α -Fe	203±6,1	2,586±0,08	0,516±0,02
2	40ХН после ЭППУ 2с	α' - Fe, γ - Fe, M_3C	440,7±13,2	1,632±0,04	0,399±0,01
3	20Х2Н4А исходный	α - Fe	283±8,5	0,826±0,02	0,147±0,004
4	20Х2Н4А после ЭППУ 2с	α' - Fe, γ - Fe	742±22,3	0,782±0,02	0,120±0,003
5	34ХН1М исходный	α - Fe	246±7,4	0,621±0,02	0,092±0,003
6	34ХН1М после ЭППУ 2с	α' - Fe, γ - Fe, M_3C	542±16,3	0,307±0,01	0,051±0,002

Примечание к таблице: $R_{\text{корр}}$ – скорость коррозии, см/год; $m_{\text{корр}}$ – масса утерянная в процессе коррозии, г.

Результаты испытаний коррозионных процессов показали что значения скорости коррозии для сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М до и после ЭППУ имеют следующие значения: $R_{\text{корр}} = 0,516$ см/год и $R_{\text{корр}} = 0,399$ см/год (для стали 40ХН), $R_{\text{корр}} = 0,147$ см/год и $R_{\text{корр}} = 0,120$ см/год (для стали 20Х2Н4А), $R_{\text{корр}} = 0,092$ см/год и $R_{\text{корр}} = 0,051$ см/год (для стали 34ХН1М) соответственно, что в среднем по всем сталям после ЭППУ показывает снижение скорости коррозии.

Оценка коррозионного поведения образцов проводилась по величине их электродных потенциалов, путем задания, измерения и регулирования токов и напряжений на рабочем электроде в процессе электрохимических исследований. Испытания проводились в 4 % растворе азотной кислоты при 40 °С.

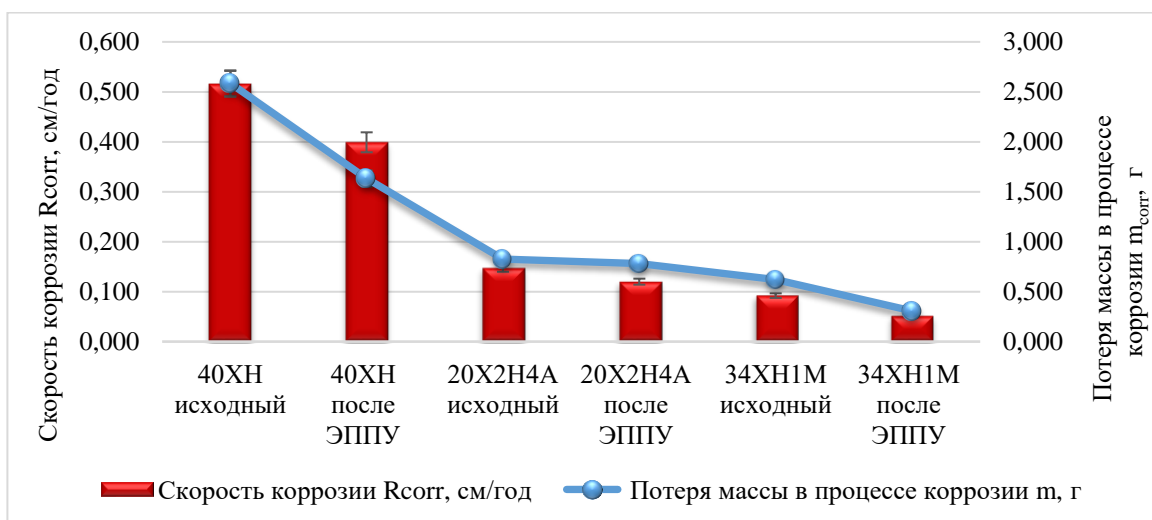


Рисунок 4.12 – Потеря массы в процессе коррозии и толщина подверженного коррозии слоя

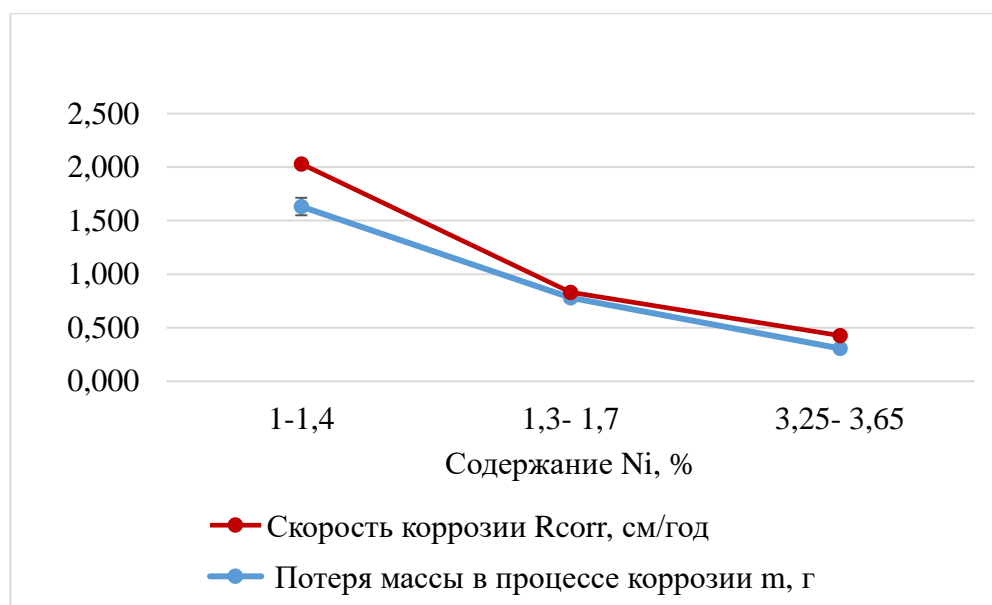


Рисунок 4.13 – Изменение значения скорости коррозии и потери массы в процессе коррозии после ЭППУ от содержания никеля Ni, % в стали

Результаты исследований показали, что легированные стали марки 20X2H4A, 34XH1M и 40XH после ЭППУ имеют хорошую износостойкость, микротвердость, и коррозионностойкость. Правильное представление о механизмах упрочнения поверхностного слоя сталей при ЭППУ позволяет предполагать структуру слоя и предвидеть те изменения, которые могут произойти с ней в зависимости от характера легирования. В связи с этим, необходимо выяснить основные механизмы, обеспечивающие хорошую износостойкость поверхностного слоя сталей, обработанных ЭППУ. Кроме того, свойства определяются характером формирующейся в процессе ЭППУ структуры. В связи с этим, нами проведено систематическое исследование изменения трибологических и механических характеристик (интенсивности изнашивания, коэффициента трения, микротвердость, скорость коррозии и прочностные характеристики) поверхностного слоя сталей при ЭППУ. Для выяснения структурных особенностей, влияющих на микротвердость и износостойкость сталей, в настоящей главе диссертационной работы нами были исследованы структура, фазовый и элементный состав сталей до и после ЭППУ.

В таблице 4.4 показаны данные о структуре и трибомеханических характеристиках сталей после ЭППУ. Экспериментальные данные наглядно иллюстрируют корреляцию между структурными и триботехническими характеристиками закаленных образцов.

Таблица 4.4 – Корреляционная таблица экспериментальных данных о структуре и трибомеханических характеристиках сталей 20Х2Н4А, 34ХН1М и 40ХН

Материал	Характеристики структуры, упрочнения и трибокоррозионных параметров									
	Структура и микротвердость		Трение скольжения по методике «шар-диск»				Абразивное изнашивание		Коррозия на потенциостат-гальваностате	
	Фазовый состав	H _ц , МПа	f	j, ×10 ⁻⁴ мм ³ /Нм	Δm, мкм ³	K _{упр}	K _{изн}	m _{изн} , мг	R _{согг} см/год	m _{согг} , г
40ХН исходный	α-Fe	2030	0,36	2,9	3,03	2,17	1,90	38,5	0,516	2,586
40ХН после ЭППУ	α'-Fe, γ-Fe, М ₃ С	4407	0,35	0,28	0,7		4,51	29,6	0,399	1,632
34ХН1М исходный	α-Fe	2830	0,44	1,08	1,05	2,62	1,70	36	0,147	0,826
34ХН1М после ЭППУ	α'-Fe, γ-Fe, М ₃ С	7420	0,37	0,32	0,6		5,23	20,6	0,120	0,782
20Х2Н4А исходный	α-Fe	2460	0,4	2,39	2,73	2,20	2,82	36,4	0,092	0,621
20Х2Н4А после ЭППУ	α'-Fe, γ-Fe	5420	0,4	1,17	0,81		5,17	20,5	0,051	0,307

Примечание: Фазы: α - Fe – феррит, α'-Fe - мартенсит, γ-Fe - аустенит, М₃С – карбид (цементит); H_ц - микротвердость поверхности; f – коэффициент трения поверхности при трении скольжении по методу «шар-диск»; j (мм³/Н*м)– интенсивность изнашивания при трении скольжении по методу «шар-диск»; Δm (мкм³) – объем износа при трении скольжении по методу «шар-диск»; (K_{упр}) – коэффициент упрочнения; (K_{изн}) – коэффициент относительной износостойкости при абразивном изнашивании; m_{изн} (мг) – потеря массы при испытаниях к абразивному износу; R_{согг} (см/год) – скорость коррозии; m_{согг} (г) – масса утерянная в процессе коррозии.

Из корреляционных экспериментальных данных, приведенных в таблице 4.4, четко прослеживается зависимость трибологических свойств модифицированных слоев от структурно-фазовых состояний. Износ модифицированного слоя, состоящего из α'-фазы (мартенсит), γ'-фазы и карбида Fe₃C, полученного после ЭППУ, существенно ниже, чем у поверхности, состоящего только из α'-фазы с избыточными частицами γ'-фазы, полученного после ЭППУ в зависимости от исходных образцов сталей. Особого внимания заслуживают результаты по износостойкости модифицированного слоя стали 34ХН1М, полученного после ЭППУ. Также, этот слой, состоящий из α'-фазы (мартенсит), γ'-фазы и карбида Fe₃C, показал повышенную микротвердость и коэффициент упрочнения по сравнению с исходным. Особая роль при этом отдается мелкодисперсным частицам вторичных карбидных фаз, наличие которых были подтверждены и подробно описаны в следующей главе. Известно из [179-181], что эффекты повышения твердости и износостойкости прямым образом связаны с размерами и количеством дисперсных включений, которые

образуются в процессе ЭППУ. Особая роль при этом отдается мелкодисперсным частицам вторичных карбидных фаз.

Таким образом, установлено, что в результате ЭППУ поверхностный слой сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М обладает более высокой микротвердостью и износостойкостью. Увеличение микротвердости и износостойкости сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М после ЭППУ с продолжительностью нагрева 2с в частности связано с формированием мартенсита, а также формированием дефектной субструктуры. Образующаяся дефектность, по-видимому, приближается к дефектности границ зерен. Поскольку, электролитно-плазменное упрочнение проводят в условиях чрезмерного возбуждения поверхности металла и подповерхностных слоев.

4.3 Выводы по четвертой главе

Таким образом, учитывая анализ полученных результатов исследований структурно-фазового состояния легированных сталей при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении и оценки микротвердости и трибологических свойств легированных сталей при электролитно-плазменном модифицировании, можно сделать следующие выводы:

- выявлено, что в исходном состоянии структура стали 20Х2Н4А состоит из феррита, а сталь 34ХН1М имеет ферритно-перлитной структуры, также сталь 40ХН состоит из структурных составляющих перлита и цементитной сетки. После ЭППУ с продолжительностью обработки 2 с в электролите, содержащем водный раствор 20 % карбамида и 10 % карбоната натрия, на поверхности образцов сталей формируется модифицированный слой толщиной до 2 мм, включающий в себя помимо основных фаз так же вторичных фаз мартенсита и аустенита.

- установлено, что структура поперечных сечений сталей по мере удаления от поверхности в глубь материала условно разделена на 3 зоны: на поверхности наблюдается зона 1 – закаленный слой; зона 2 – слой термического влияния; зона 3 – матрица. Закаленный слой представляет собой однородную мелкозернистую мартенситную структуру. По мере увеличения глубины наблюдается формирование неоднородной структуры - зоны термического влияния, которая представляет собой мартенсит и перлит. Затем эта зона переходит к перлитно-ферритной структуре, т.е. к структуре матрицы.

- определено, что ЭППУ позволяет модифицировать механо-трибологические свойства сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А следующим образом: микротвердость поверхности повышается для стали 40ХН в 2,17 раза, для стали 34ХН1М в 2,62 раза и для стали 20Х2Н4А в 2,20 раза, а показатель коэффициент трения снизилось в среднем по всем образцам в ~1,5 раза, а так же трибологические параметры интенсивность и объем изнашивания при трении скольжении для стали 40ХН уменьшилось в 10,4 и 4,33 раза, для стали 34ХН1М в 3,4 и 1,8 раза, для стали 20Х2Н4А в 2,04 и 3,4 раза, что подтверждает упрочнение поверхности материала.

- установлено, что ЭППУ положительно влияет на трибоккоррозионные параметры сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А за счет формирования

модифицированного слоя состоящих из упрочняющих фаз, таких как α' -фаза (мартенсит), γ' -фаза и карбиды Fe_3C , так коэффициент упрочнения образцов сталей вырос в среднем по всем сталям в $\sim 2,3$ раза, а параметры при абразивном изнашивании - коэффициент относительной износостойкости увеличился в среднем в $\sim 2,5$ раза и показатель потери массы снизился в $\sim 1,6$ раз, так же для этих сталей коррозионные параметры улучшились следующим образом: скорость коррозии в среднем уменьшилось в $\sim 1,5$ раза, а масса утерянная в процессе коррозии в среднем снизилась в $\sim 1,6$ раз в зависимости от исходного состояния, что доказывает эффективность применения ЭПУ для этих сталей.

5 ФОРМИРОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ОСНОВНЫХ И ВТОРИЧНЫХ ФАЗ В ХРОМНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОМ УПРОЧНЕНИИ

5.1 Структурно-фазовое состояние и количественные характеристики основных морфологических составляющих дислокационной структуры стали 34ХН1М в состоянии поставки

Задачей исследования было определение фазового состава и параметров тонкой структуры после поверхностной закалки и сравнение их с исходным состоянием стали (исследование исходного состояния стали было проведено нами ранее и здесь использовано в качестве сопоставления с полученными в настоящей работе результатами). Изучение проведено в зоне образца, вырезанного параллельно закаленной поверхности.

Методика приготовления образца для просмотра в электронном микроскопе сводилась к следующему. На электроискровом станке параллельно поверхности закаленного образца вырезалась пластинка толщиной ~300 мкм (измерения проводились микрометром с точностью ± 0.01 мкм). Режим электроискровой резки был подобран таким, что не вносил дополнительных искажений в структуру материала. Из полученной пластинки, одна из сторон которой являлась поверхностью закаленного образца, готовились фольги. Чтобы максимально близко приблизиться к поверхности образца, фольги готовилась со стороны реза следующим образом. Поверхность образца на вырезанной пластинке покрывалась лаком. Затем проводилось утонение этой пластинки только со стороны реза. Утонение осуществлялось химически в растворе перекиси водорода (H_2O_2) с добавлением нескольких капель плавиковой кислоты (HF). Затем методом электролитической полировки готовилась фольга для просмотра в просвечивающем электронном микроскопе. Электролитическая полировка проводилась также со стороны реза в пене пересыщенного раствора хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте при температуре 60-80⁰С. Заключительный этап – снятие пленки с поверхности и окончательная полировка образца. Таким образом, сама поверхность полировалась только электролитически очень короткое (не более 3 секунд) время.

Исследования выполнены на электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа выбиралось равным от 8000 до 50000 крат. Определение размеров и объемной доли карбидных фаз, а также α - и γ -фаз проводилось по изображениям, подтвержденным микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз. Идентификация фаз проводилась по стандартным методикам. Для этого использовались схемы микродифракционных картин, рассчитанные по табличным значениям параметров кристаллических решеток. Результаты, полученные методом электронной микроскопии, сопоставлялись с результатами литературных источников.

Изображения тонкой структуры материала, полученные при просмотре в

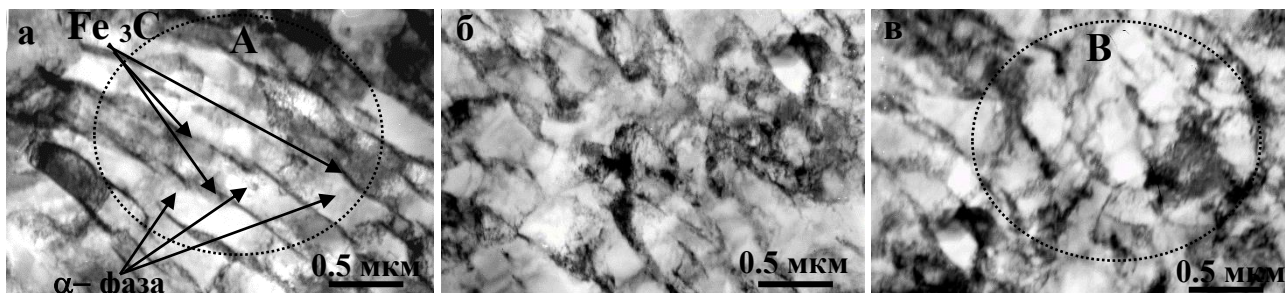
электронном микроскопе, были использованы: 1) для классификации морфологических признаков структуры матрицы стали и определение их объемных долей; 2) для определения размеров, объемной доли плотности распределения вторичных фаз и мест их локализации и 3) для определения параметров тонкой структуры материала, а именно, скалярной ρ и избыточной ρ_{\pm} плотности дислокаций, амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки χ и внутренних напряжений σ . Причем было определено два вида внутренних напряжений: 1) напряжение сдвига (поля напряжений, создаваемые дислокационной структурой), и 2) дальнедействующие напряжения – это моментные (или локальные) напряжения, возникающие в тех местах материала, в которых присутствует избыточная плотность дислокаций (ρ_{\pm}), т.е. когда $\rho_{\pm} = \rho_{+} - \rho_{-} \neq 0$ (ρ_{+} и ρ_{-} – плотность, соответственно, положительно и отрицательно заряженных дислокаций).

Как показали проведенные ранее исследования, в исходном состоянии структура стали 34ХН1М представляет: 1) пластинчатый перлит, 2) феррито-карбидную смесь и 3) фрагментированный феррит. Пластинчатый перлит присутствует в виде практически идеального и фрагментированного. Электронно-микроскопическое изображение пластинчатого перлита в стали 34ХН1М представлено на рисунке 5.1.

Идеальный (или практически идеальный) пластинчатый перлит (участок «А» на рисунке 5.1) представляет собой чередующиеся параллельные пластины феррита (α -фазы) и цементита. Феррит (α -фаза) имеет объемноцентрированную кубическую (ОЦК) кристаллическую решетку (пространственная группа $Im\bar{3}m$) и представляет собой твердый раствор на основе железа атомов внедрения (С, N и др.) и замещения (Cr, Ni, Mo и др.) одновременно. Цементит, являющийся химическим соединением углерода с железом (карбид железа Fe_3C), имеет орторомбическую кристаллическую решетку (пространственная группа $Pnma$) с параметрами $a = 0,5080$ нм, $b = 0,6774$ нм, $c = 0,4520$ нм. Содержание углерода в цементите – 6,67 вес.%. Цементит в перлите может быть легированным, т.е. атомы железа могут замещаться металлами, а именно хромом (до 20 %). Поэтому его формулу для исследуемой стали целесообразнее записывать как $(Fe,Cr)_3C$ или M_3C . В α -фазе (феррите) перлита средняя скалярная плотность дислокаций составляет $2,0 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В пластинах цементита скалярная плотность дислокаций практически равна нулю.

Фрагментированный перлит (или первично фрагментированный перлит) представляет собой структуру, в которой перлитные колонии в основном сохраняются (участок «В» на рисунке 5.1). Присутствуют достаточно четкие границы, ориентированные в основном поперек ферритных пластин. Фрагменты имеют четко выраженную анизотропную форму, а именно, они удлинены вдоль оси перлитной колонии. Ширина их равна поперечному размеру пластины α -фазы. Длинными границами фрагментов являются межфазные границы « α -матрица – цементит», присутствовавшие в идеальном перлите. Практически под прямым углом к ним располагаются короткие границы. Находятся они внутри прослоек α -фазы и имеют дислокационную природу. Средняя величина

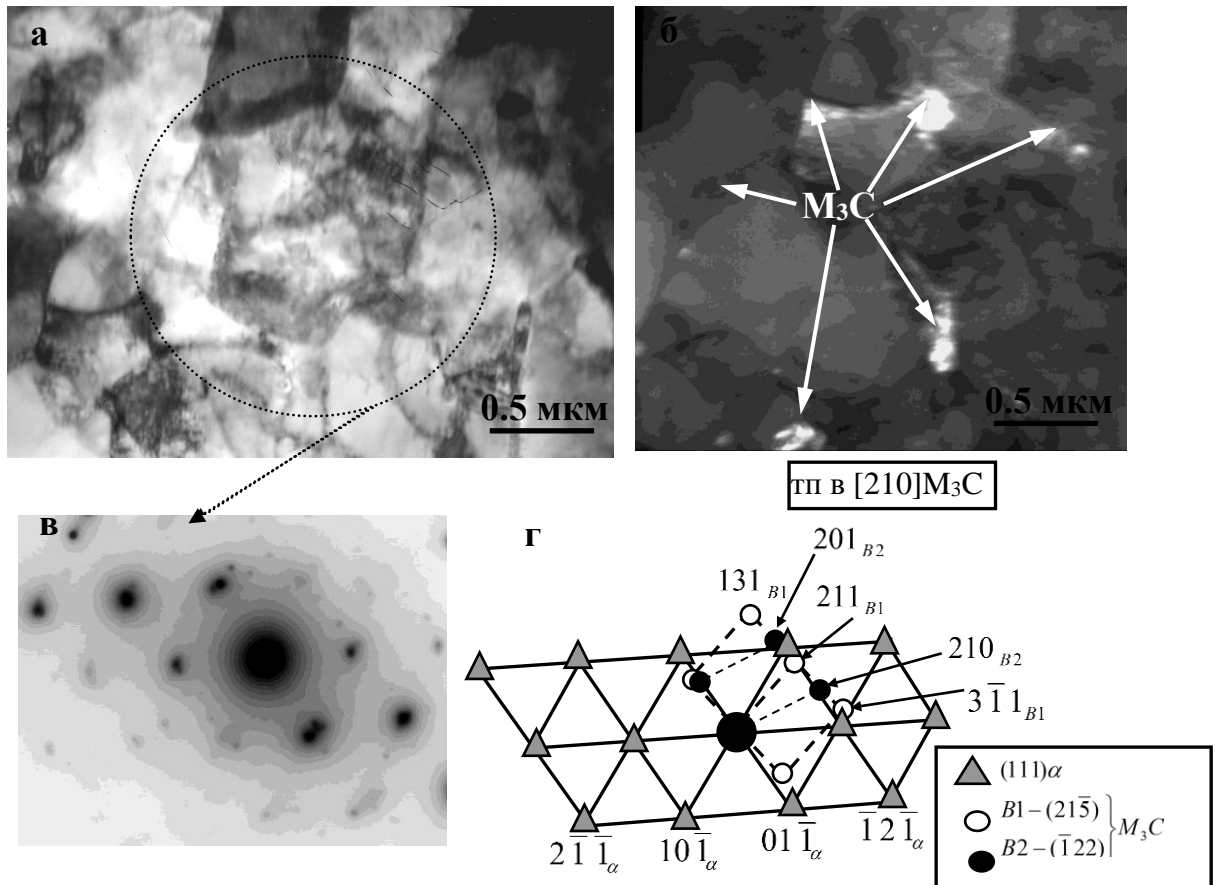
скалярной плотности дислокаций внутри фрагментов составляет $1,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Объемная доля перлита в исходном состоянии стали 34ХН1М составляет 35%, причем объемная доля идеального перлита – 10%, фрагментированного – 25%.



а – участок (А) нефрагментированного перлита, б-в – участок (В) фрагментированного перлита

Рисунок 5.1 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34ХН1М в состоянии поставки

Феррито-карбидная смесь – это вторая составляющая структуры материала. Типичный пример её электронно-микроскопического изображения представлен на рисунок 5.2. Фактически такая структура является вторично фрагментированным перлитом. Дело в том, что при вторичной фрагментации происходит образование дислокационных стенок как поперек, так и вдоль пластин α -фазы. Вторичная фрагментация разрушает перлитные колонии, создавая в структуре хаос. Образуются изотропные фрагменты α -фазы, границы которых частично окаймлены цементитом (рисунок 5.2). Как видно из рисунка 5.2, цементит располагается не только по границам фрагментов, но и в их стыках. Поэтому такие участки структуры материала фактически представляют собой смесь зерен α -фазы и цементита и их следует называть «феррито-карбидной смесью». Объемная доля этой структуры в материале составляет ~45%. Средняя величина скалярной плотности дислокаций внутри фрагментов α -фазы – $2,25 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

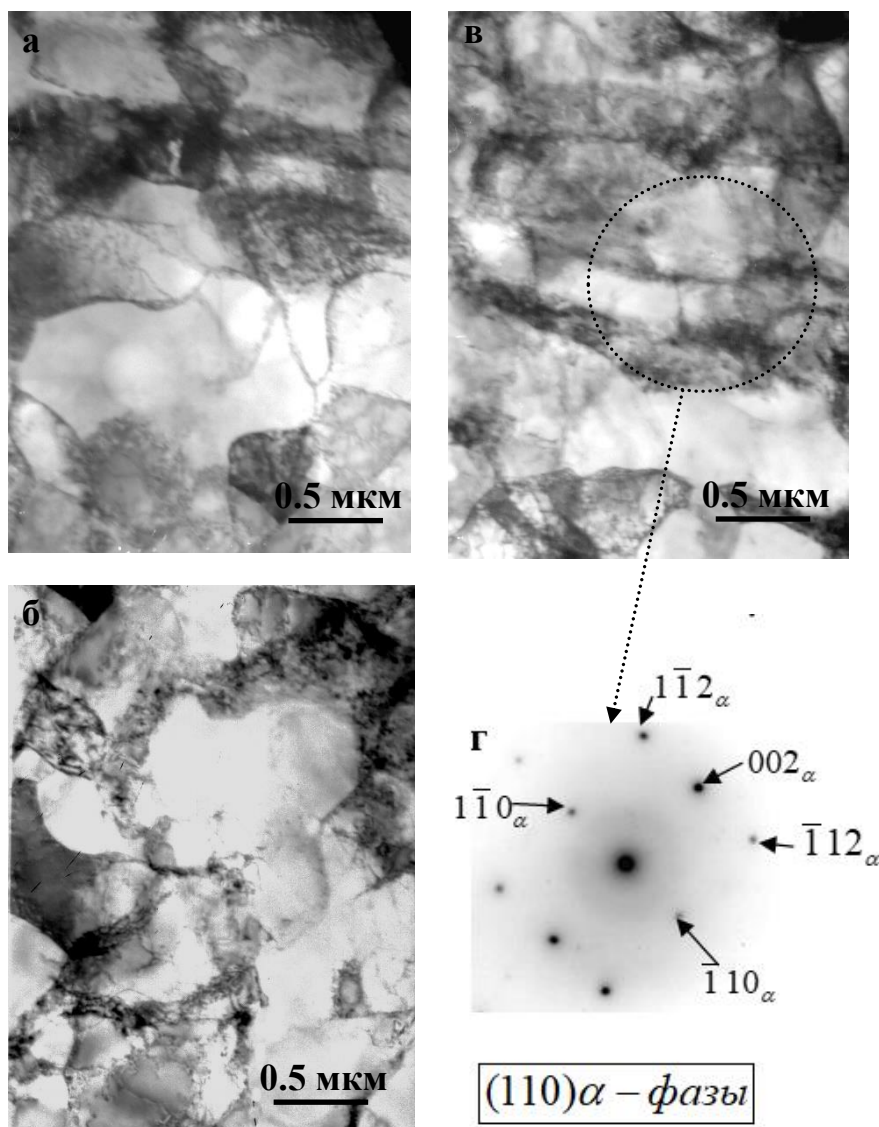


Исходное состояние: а – фрагментированный феррит, светлопольное изображение; б – темнопольное изображение, полученное в рефлексе [210] фазы M₃C (на схеме (г) рефлексы этой плоскости отмечены индексом B2); в – микродифракционная картина, полученная с участка (а); г – её индицированная схема

Рисунок 5.2 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34XN1M

Фрагментированный феррит – это третья составляющая структуры в исходном состоянии стали 34XN1M (рисунке 5.3). Как видно из представленного рисунка, эта структура представляет собой также изотропные фрагменты. Однако ни по границам фрагментов, ни в их стыках цементит не обнаруживается. Доказательством является микродифракционная картина, представленная на рисунке 5.3г. Получена она с границы фрагмента. Как показало индицирование этой микродифракционной картины, присутствуют только рефлексы, принадлежащие плоскости (110) α-фазы. Рефлексы, принадлежащие либо другой плоскости α-фазы, либо любым другим фазам, на данной микродифракционной картине отсутствуют. Тем не менее, на рисунке 5.3 видно, что направленность фрагментов α-фазы сохраняется по типу перлитных колоний. Это означает, что данный тип структуры является следующим этапом превращения перлита. А именно, скользящие дислокации разрезают пластины

цементита и постепенно переносят атомы углерода в объем α -фазы на дефекты кристаллического строения (стыки и границы фрагментов, дислокации). О месте нахождения пластин цементита можно судить только по большой плотности дислокаций. На микроэлектроннограммах, полученных от таких участков, рефлексов карбидных фаз не обнаруживается. Такой подтверждающий пример и приведен на рисунке 5.3. Объемная доля этой структуры составляет в материале 20 %. Средняя величина скалярной плотности дислокаций внутри фрагментов α -фазы – $2,95 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$.



а-в – светлопольные изображения; г – микродифракционная картина, полученная с участка, отмеченного на (а) окружностью и стрелкой

Рисунок 5.3 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34ХН1М в исходном состоянии

Таким образом, проведенные нами ранее исследования показали, что сталь 34ХН1М в исходном состоянии представляет собой деформированный материал. Средняя скалярная плотность дислокаций в стали $2,2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

5.2 Морфологические особенности тонкой структуры стали 34ХН1М после электролитно-плазменного поверхностного упрочнения

Структура стали после поверхностной закалки изучалась в приповерхностном слое образца. Поверхностная закалка стали 34ХН1М привела к существенным качественным и количественным изменениям в структуре стали, а именно, к изменению фазового состава и списка присутствующих фаз, а также их морфологии. Таким образом, и фазовый состав, и тонкая структура стали в приповерхностном слое образца существенно отличаются от исходного состояния (рисунок 5.4, пакетно-пластинчатый мартенсит: Р – пакетный (реечный), Пл – пластинчатый мартенсит).

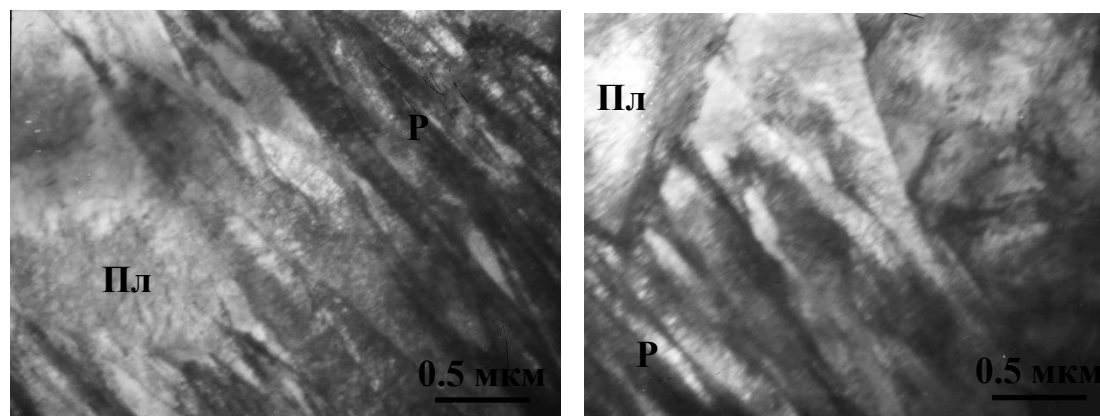


Рисунок 5.4 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34ХН1М после поверхностной закалки

Проведенные исследования показали, что поверхностная закалка привела к формированию мартенситной структуры. Теперь морфология тонкой структуры представлена смесью пакетного (или реечного) и пластинчатого мартенсита, т.е. пакетно-пластинчатым мартенситом. Типичное электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34ХН1М после поверхностной закалки представлено на рисунок 5.4.

Пакетный (или реечный) мартенсит представляет собой структурное образование, состоящее из набора практически параллельных друг другу кристаллов вытянутой формы, объединенных в пакеты. Образуется пакетный мартенсит в сталях с подобным химическим составом при температурах $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения $\sim 300-320^\circ\text{C}$. Форма сечения пакетов плоскостью фольги может быть любой: от треугольной до многоугольной. Средний поперечный размер отдельной рейки составляет 0,25 мкм. Объемная доля пакетного мартенсита в структуре наплавленного слоя в исходном состоянии составляет 60 %.

Пластинчатый мартенсит – это отдельно расположенные кристаллы мартенсита (пластины), как правило, не образующие параллельных пачек, что

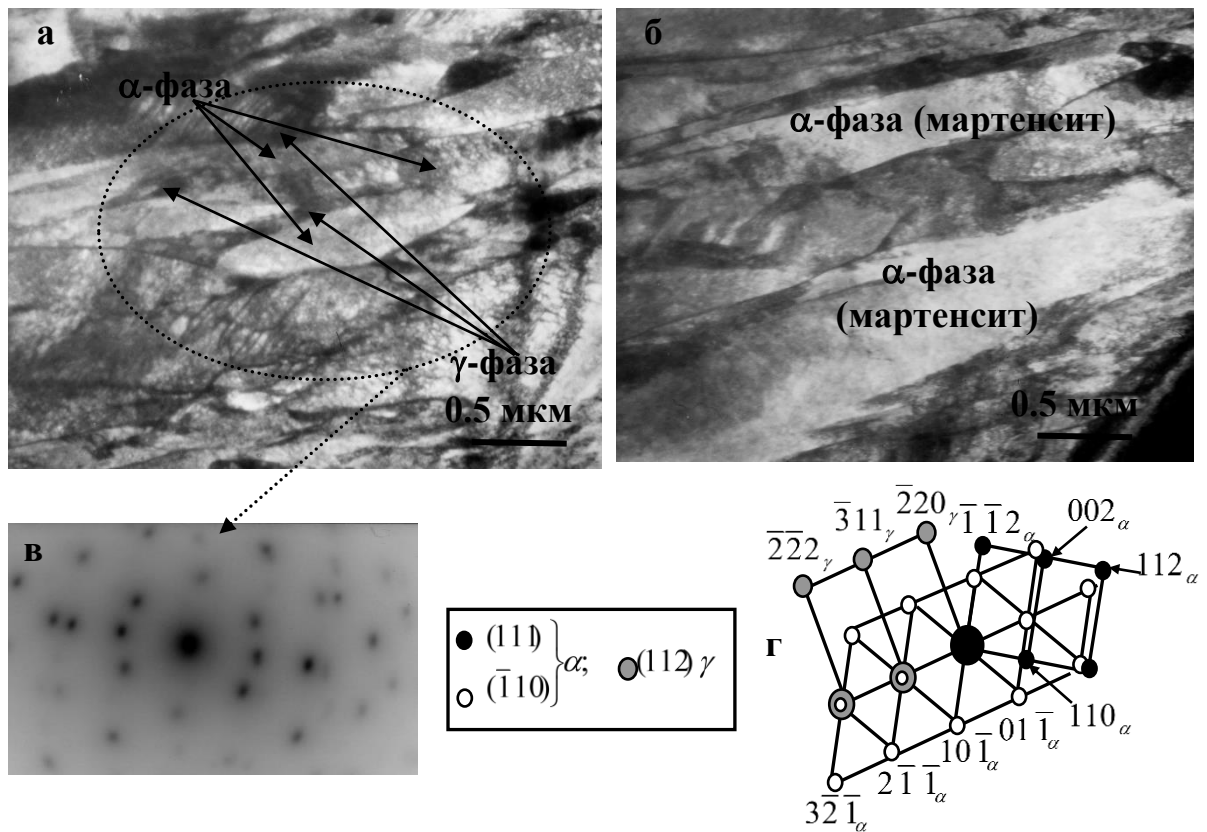
наблюдается в пакетном мартенсите. Температурный интервал образования низкотемпературного пластинчатого мартенсита $\sim 320-350^\circ\text{C}$. Поперечный размер пластин существенно больше поперечного размера отдельной реки. Средний поперечный размер отдельной пластины равен 1,1 мкм. Объемная доля пластинчатого мартенсита составляет 40 %.

Установлено, что матрицей пакетно-пластинчатого мартенсита является α -фаза. Как и в исходном состоянии, кристаллическая решетка α -фазы остается объемноцентрированной кубической (ОЦК), представляющая собой твердый раствор на основе железа атомов внедрения (С, N и др.) и замещения (Cr, Ni, Mo, V и др.) одновременно. Основные узлы в кристаллической решетке α -фазы занимают, прежде всего, атомы железа, а также элементы замещения, междоузлия (в основном это тетраэдрические междоузлия) частично заняты атомами углерода.

Индицирование микродифракционных картин, полученных с тонкой структуры стали после поверхностной закалки, показало, что кроме рефлексов α -фазы, на микродифракционных картинах присутствуют рефлексы, принадлежащие γ -фазе. Такой пример приведен на рисунок 5.5. Это означает, что γ -фаза является второй морфологической составляющей матрицы исследуемой стали. Присутствует γ -фаза в виде остаточного аустенита, образовавшегося в результате неполного мартенситного превращения при поверхностной закалке стали.

γ -фаза имеет ГЦК кристаллическую решетку и представляет собой также твердый раствор на основе железа атомов внедрения (С, N и др.) и замещения (Cr, Ni, Mo, V и др.) одновременно. Основные узлы, как и в кристаллической решетке α -фазы, занимают атомы железа и элементы замещения, тетраэдрические (в основном) междоузлия частично заняты атомами углерода.

На рисунке 5.5а присутствуют рефлексы, относящиеся к плоскостям (111) и $(\bar{1}10)$ α -фазы и (112) γ -фазы, где стрелками на рисунке 5.5а отмечены прослойки γ -фазы по границам мартенситных реек.



а-б – пакетный (реечный) мартенсит в светлопольном изображении; б – микродифракционная картина, полученная с участка (а); в – её индицированная схема

Рисунок 5.5 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34XN1M после поверхностной закалки

Изучение методом электронной микроскопии показало, что остаточный аустенит (γ -фаза) в пакетном и пластинчатом мартенсите располагается по границам мартенситных кристаллов в виде длинных тонких прослоек (рисунок 5.5-5.7). Кроме того, в пластинчатом мартенсите он располагается и внутри мартенситных пластин и имеет вид «игл» (рисунок 5.8).

Выделение γ -фазы по границам реек пакетной α -фазы представлен на рисунке 5.6, где а-б – светлопольные изображения; д – темнопольное изображение, полученное в рефлексе $[\bar{2}20]_\gamma$; в – микродифракционная картина, полученная с участка, отмеченного на (а) окружностью; г – её индицированная схема (стрелкой указаны совпадающие направления $[\bar{2}20]_\gamma$ и $[\bar{2}00]_\alpha$, при этом $(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$ – соотношение Курюмова-Закса). На Рис. 5.6-д стрелками отмечены прослойки остаточного аустенита (γ -фазы) на границах мартенситных реек.

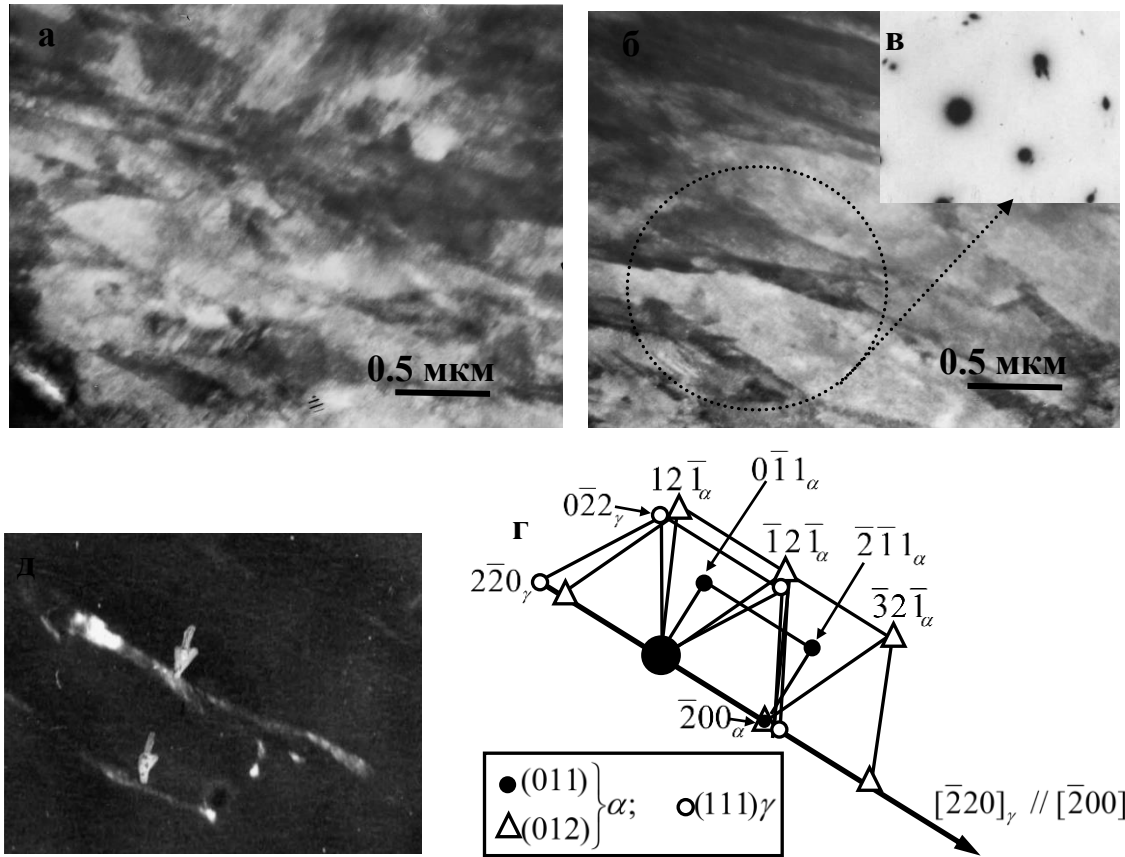
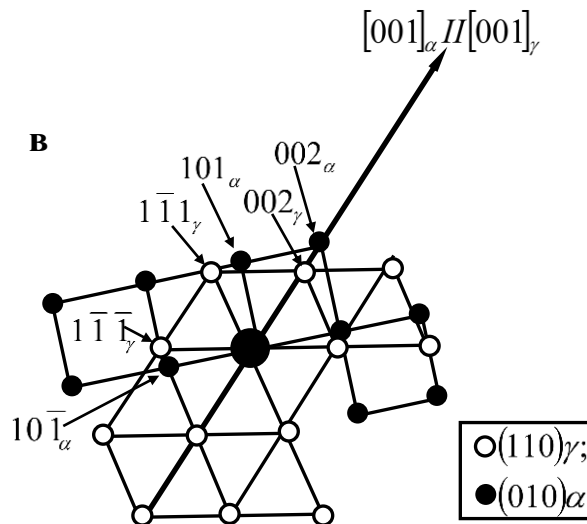
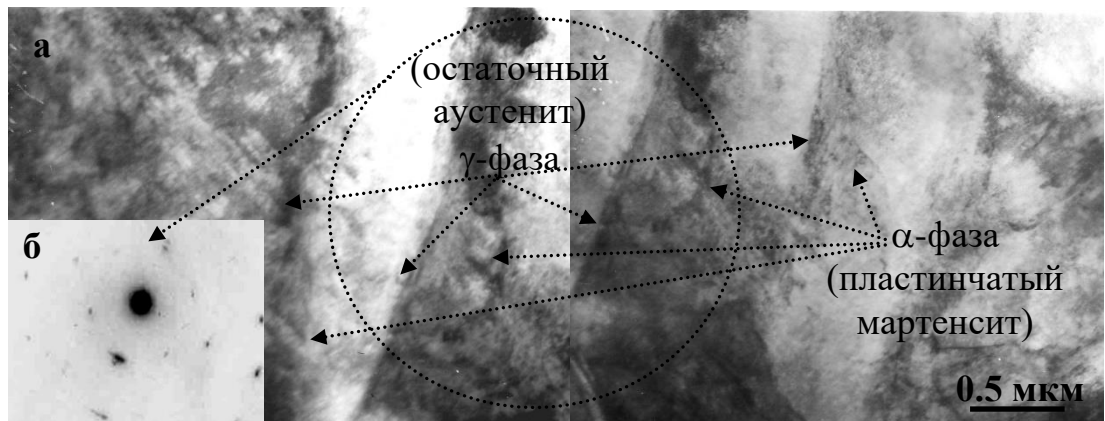


Рисунок 5.6 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34ХН1М после поверхностной закалки

Кристаллические решетки остаточного аустенита и α -матрицы независимо от вида и расположения остаточного аустенита всегда связаны между собой ориентационным соотношением Курдюмова-Закса. Это подтверждается приведенными на рисунок 5.6-5.8 микродифракционными картинками и их индцированными схемами.



Поверхность образца. Выделение γ -фазы по границам пластинчатого мартенсита: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина, полученная с участка, отмеченного на (а) окружностью; в – её индцированная схема (стрелкой указаны совпадающие направления $[001]_\gamma$ и $[001]_\alpha$, при этом $(110)_\gamma \parallel (010)_\alpha$ – соотношение Курьюмова-Закса). На (а) стрелкой отмечены прослойки остаточного аустенита (γ -фазы) на границе мартенситной пластины

Рисунок 5.7 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34XN1M после поверхностной закалки

Поверхность образца приведен на рисунке 5.8. Пакетно-пластинчатый мартенсит: а, б, в, д – светлопольное изображение; г – темнопольное изображение, полученное в совпадающих рефлексах $[020]_\gamma$ и $[110]_\alpha$; е – микродифракционная картина, полученная с участка, отмеченного на (а) окружностью; ж – её индцированная схема (стрелкой отмечены совпадающие направления $[110]_\alpha$ и $[010]_\gamma$, при этом выполняется условие $(\bar{1}10)_\alpha \parallel (001)_\gamma$ – соотношение Курдюмова-Закса).

Проанализируем детальнее на примере рисунок 5.6. На границах мартенситных рек присутствует остаточный аустенит (γ -фаза) в виде тонких

прослойка (рисунок 5.6 а,б). Наличие γ -фазы подтверждается темнопольным изображением (рисунок 5.6 д), полученным в рефлексе $[\bar{2}\bar{2}0]$ γ -фазы, микродифракционной картиной, полученной с данного участка (рисунок 5.6 в), и её индцированной схемой (рисунок 5.6 г).

Как видно из микродифракционной картины и её индцированной схемы, направление $[\bar{2}00]_{\alpha}$ совпадает с направлением $[\bar{2}\bar{2}0]_{\gamma}$ (совпадающие направления на рисунок 5.6 г отмечены стрелкой). Это подтверждается и решением матричных уравнений:

$$\text{для плоскостей} \quad \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix}_{\alpha} = \begin{bmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}_{\gamma} = (110)_{\alpha};$$

$$\text{для направлений} \quad \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}_{\alpha} = \begin{bmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 2 \\ 2 \\ 0 \end{bmatrix}_{\gamma} = [\bar{2}00]_{\alpha}.$$

Таким образом, из решения матричных уравнений получается: $(011)_{\alpha} // (111)_{\gamma}$ и $[\bar{2}00]_{\alpha} // [\bar{2}\bar{2}0]_{\gamma}$, что и наблюдается на микродифракционной картине (рисунок 5.6 в).

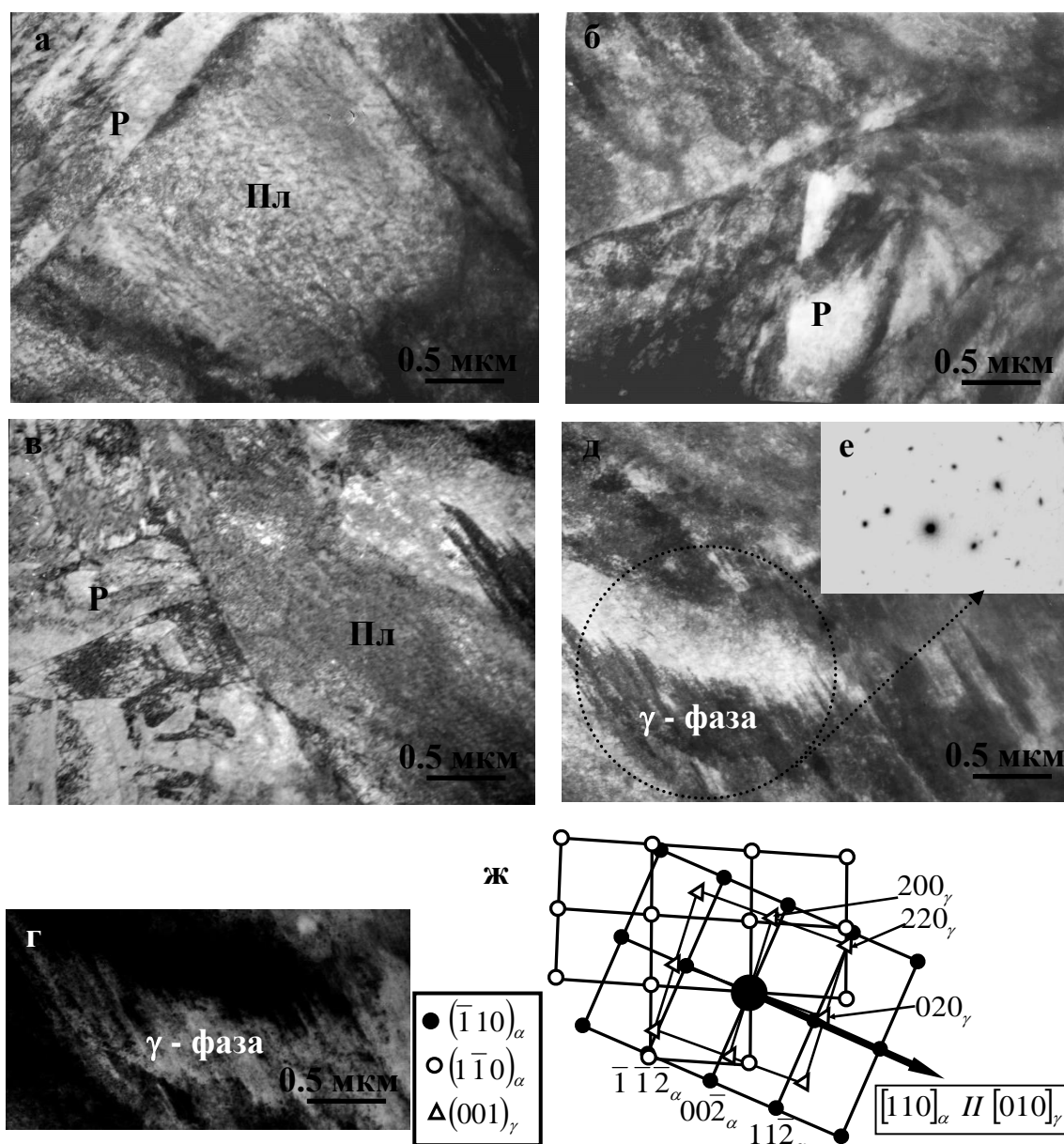
Аналогичный пример приведен на рисунке 5.7а – остаточный аустенит присутствует в виде тонких прослоек на границе мартенситной пластины. Анализ микродифракционной картины (рисунок 5.7б), полученной с границы пластины, показал, что направление $[001]_{\alpha}$ совпадает с направлением $[001]_{\gamma}$ (совпадающие направления на рисунок 5.7в отмечены стрелкой). Это подтверждается и решением матричных уравнений:

$$\text{для плоскостей} \quad \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix}_{\alpha} = \begin{bmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}_{\gamma} = (010)_{\alpha};$$

$$\text{для направлений} \quad \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}_{\alpha} = \begin{bmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix}_{\gamma} = [001]_{\alpha}.$$

Таким образом, из решения матричных уравнений получается: $(010)_{\alpha} // (110)_{\gamma}$ и $[001]_{\alpha} // [001]_{\gamma}$, что и наблюдается на микродифракционной картине (рисунок 5.7 б).

Подтверждением того, что кристаллические решетки остаточного аустенита, расположенного внутри мартенситных пластин в виде «игл», и α -матрицы также связаны между собой ориентационным соотношением Курдюмова-Закса, является пример, представленный на рисунок 5.8а-г. Анализ темнопольного изображения (рисунок 5.8 б), микродифракционной картины (рисунок 5.8 е-ж), и решение матричных уравнений показали, что выполняются условия: $(\bar{1}10)_{\alpha} // (001)_{\gamma}$ и $[110]_{\alpha} // [010]_{\gamma}$. Это означает, что кристаллические решетки α - и γ -фаз связаны между собой ориентационным соотношением Курдюмова-Закса.



Р – пакетный (речный), Пл – пластинчатый мартенсит, γ – остаточный аустенит в виде колонии

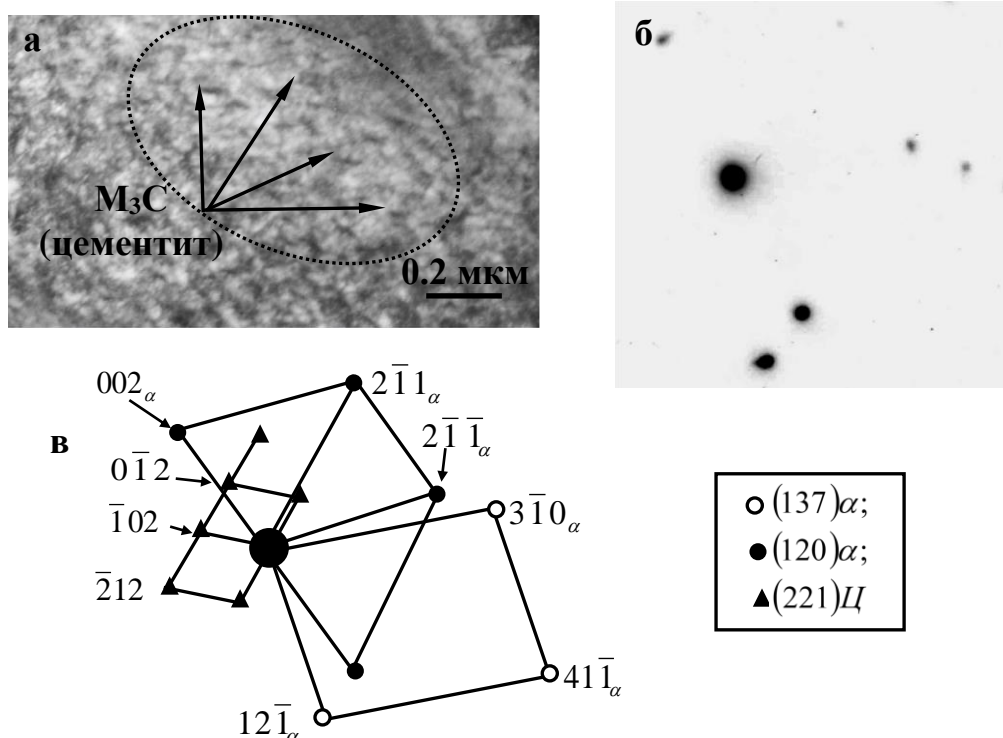
Рисунок 5.8 – Электронно-микроскопическое изображение тонкой структуры стали 34XN1M после поверхностной закалки

Выполненные расчеты показали, что объемная доля остаточного аустенита (γ -фазы) в пакетном мартенсите составляет 5 %, в пластинчатом мартенсите – 7 %, причем большая его часть (6 %) содержится внутри мартенситных пластин. В целом по материалу (с учетом объемных долей пакетного и пластинчатого мартенсита) объемная доля остаточного аустенита составляет 5,8 %.

Поверхностная закалка стали 34XN1M привела к образованию частиц карбидной фазы в пакетно-пластинчатом мартенсите, а именно, цементита и сложного карбида $M_{23}C_6$.

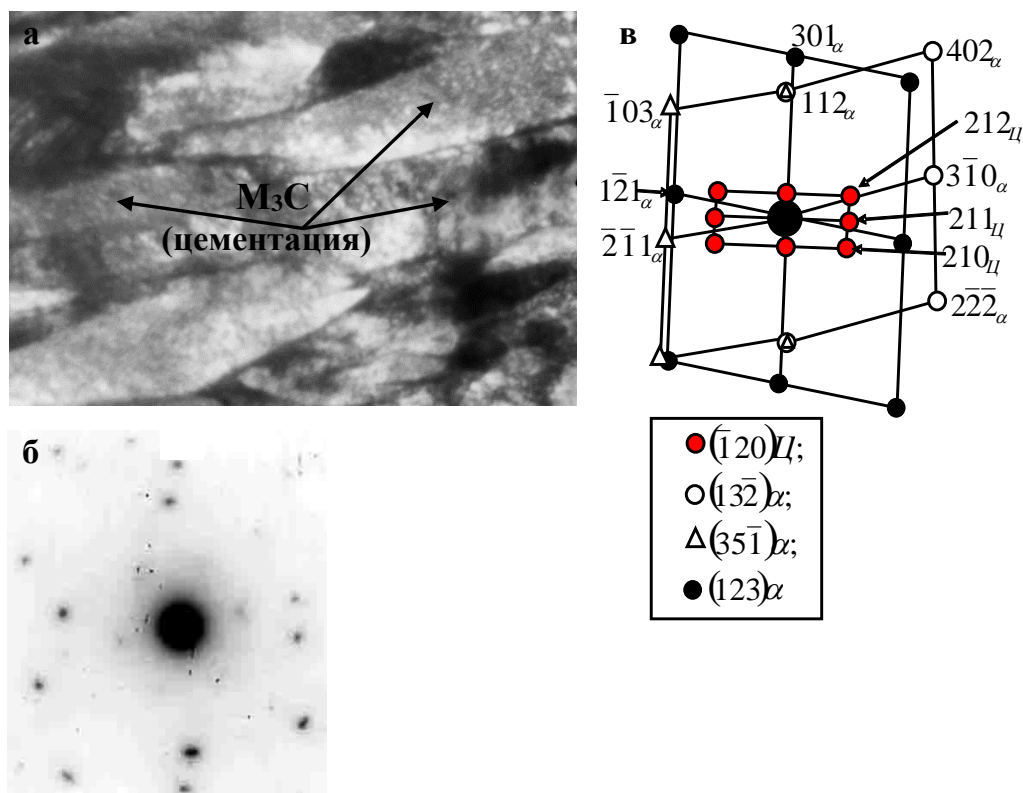
Частицы цементита присутствуют только внутри всех мартенситных

кристаллов (в рейках и пластинах). Соответствующие примеры приведены на рисунок 5.9-5.10. Как видно из представленных рисунков, во всех кристаллах мартенсита частицы цементита – это тонкие пластинки вытянутой формы и располагаются в двух и трех направлениях относительно оси мартенситного кристалла. Средний размер частиц в мартенситных рейках составляет 12×32 нм. В мартенситных пластинах частицы цементита крупнее, их средний размер 20×80 нм. Объемная доля цементита в пакетном (реечном) мартенсите составляет 0,6 %, в пластинчатом – 1,5 %, т.е. в 2 раза больше. Это хорошо видно и на представленных микрофотографиях – частицы не только крупнее, но и плотность распределения частиц цементита в пластинчатом мартенсите выше, т.е. расстояние между частицами цементита в пластинчатом мартенсите ($r = 60$ нм) меньше, чем в пакетном ($r = 100$ нм).



Поверхность образца. Выделение частиц цементита внутри мартенситной пластины: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина; в – её индцированная схема, содержащая рефлексы плоскостей $(137)\alpha$, $(120)\alpha$ и $(221)\zeta$. Частицы цементита на (а) отмечены стрелками.

Рисунок 5.9 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34XN1M после поверхностной закалки.



Выделение частиц цементита внутри мартенситных реек: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина; в – её индцированная схема, содержащая рефлексы плоскости α -фазы и цементита. Частицы цементита на (а) отмечены стрелками.

Рисунок 5.10 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34XN1M после поверхностной закалки

Кроме цементита, как отмечалось выше, в структуре стали присутствуют также карбиды типа $M_{23}C_6$. Карбиды типа M_6C , $M_{12}C$ и $M_{23}C_6$ имеют кубическую кристаллическую решетку (пространственная группа $Fd\bar{3}m$). К таким карбидам относятся Fe_4Mo_2C , $Fe_6Mo_6C_6$, $Fe_{21}Mo_2C_6$, $Fe_{21}Cr_2C_6$. Выделяются они внутри и по границам кристаллов α -фазы (мартенситных реек и пластин). Примеры их наблюдения приведены на рисунках 5.11-5.13.

Выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ внутри кристаллов α -фазы обусловлено растворением цементита, присутствовавшего в исходном состоянии стали, и уходом углерода на границы кристаллов α -фазы, дислокации и другие дефекты (вакансии, субграницы, границы зерен, микротрещины) кристаллической решетки ферритной матрицы.

Частицы $M_{23}C_6$, присутствующие внутри мартенситных кристаллов, обладают округлой формой и расположены на дислокациях. Это подтверждает тот факт, что углерод, находящийся на дислокациях, уходит на образование карбидов типа $M_{23}C_6$. Их средний размер в пакетном мартенсите составляет 8 нм, объемная доля – 0,15%. В пластинчатом мартенсите средний размер частиц – 16

нм, объемная доля – 0,35%.

Электронно-микроскопическое изображение поверхности образца, где наблюдается выделение частиц карбида $M_{23}C_6$ внутри мартенситной пластины (рисунок 5.11): а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина; в – её индцированная схема, содержащая рефлексy плоскостей α - и γ -фаз и карбида $M_{23}C_6$, обозначенного на схеме (в) буквой «К». Частицы карбида $M_{23}C_6$ на (а) отмечены черными стрелками, прослойки γ -фазы на границе пластины – белыми.

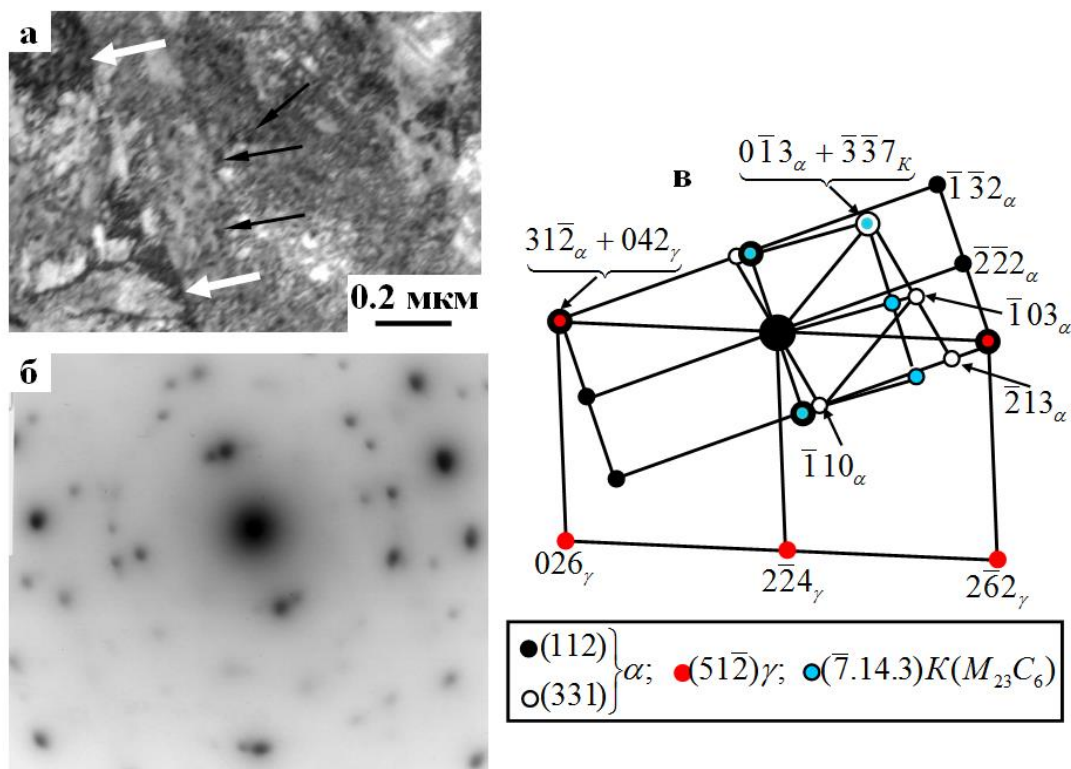


Рисунок 5.11 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34XN1M после поверхностной закалки с выделением частиц карбида $M_{23}C_6$ внутри мартенситной пластины

Тонкая структура поверхности образца приведен на рисунке 5.12, где можно наблюдать выделение частиц карбида $M_{23}C_6$ внутри мартенситных реек: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина; в – её индцированная схема, содержащая рефлексy плоскостей α - и γ -фаз и карбида $M_{23}C_6$, обозначенного на схеме (в) буквой «К». Частицы карбида $M_{23}C_6$ на (а) отмечены черными стрелками, прослойки γ -фазы на границах реек – белыми

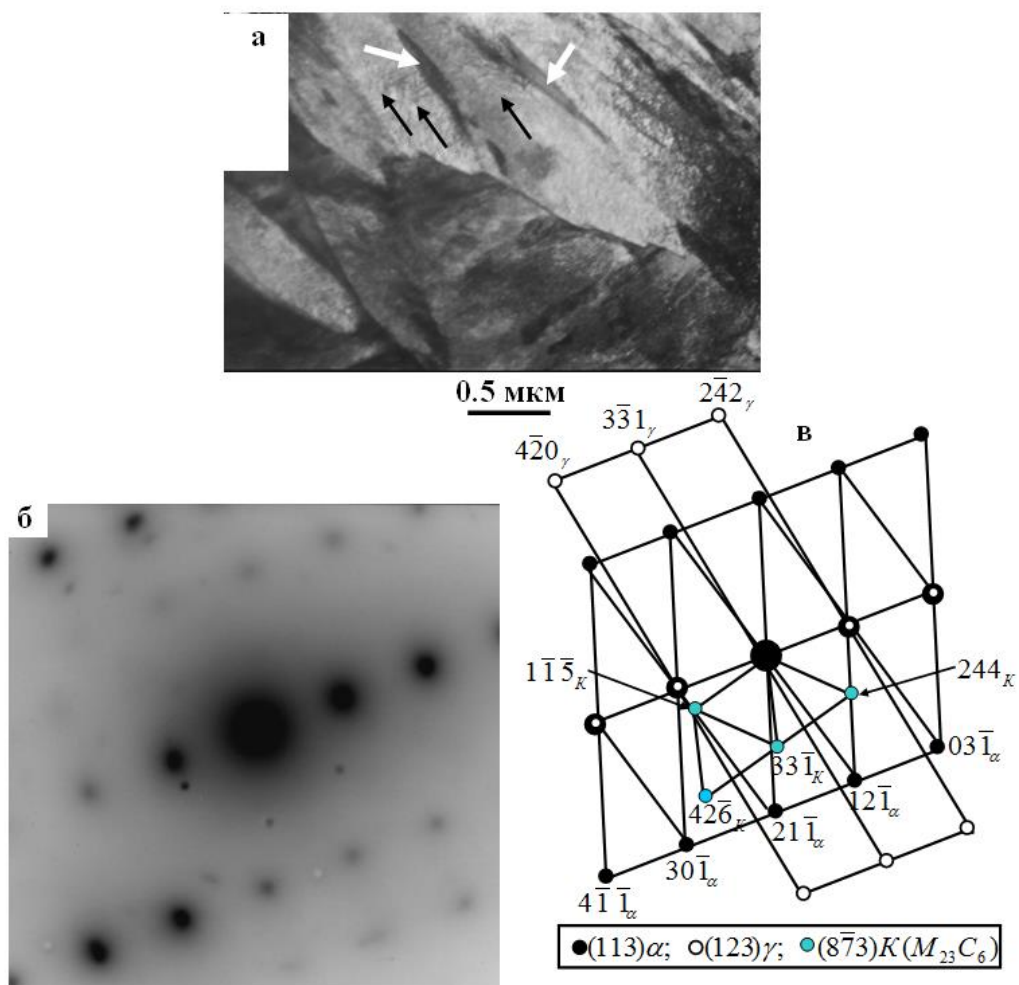


Рисунок 5.12 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34ХН1М после поверхностной закалки с выделением частиц карбида $M_{23}C_6$ внутри мартенситных реек

Карбиды, расположенные на границах α -фазы, выделяются из γ -фазы. Доказательством этому может служить то, что наблюдаются они внутри прослоек остаточного аустенита (рисунок 5.13). Кроме того, кристаллические решетки γ -фазы и этих карбидов связаны ориентационным соотношением «куб-куб» (схему на рисунок 5.13г). Частицы также обладают округлой формой. Средний размер этих частиц как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите составляет не более 5 нм, однако их плотность распределения (расстояние между частицами) в пакетном и пластинчатом мартенсите различна: в пакетном мартенсите $r = 10$ нм, в пластинчатом – $r = 10$ нм. Объемная доля в γ -фазе пакетного мартенсита составляет 0,38%, пластинчатого – 0,17 %. Если учесть какова объемная доля γ -фазы в пакетном и пластинчатом мартенсите, то получим, что в пакетном мартенсите объемная доля карбидов $M_{23}C_6$, на границах мартенситных реек составляет величину, равную 0,02%, в пластинчатом мартенсите – 0,002%.

На рисунке 5.13 продемонстрировано выделение карбида типа $M_{23}C_6$

(возле индцированных рефлексов обозначено буквой «К») в прослойках остаточного аустенита, расположенного по границам мартенситных пластин: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина, полученная с участка, отмеченного на (б) окружностью; г – её индцированная схема. Стрелками на (в) указаны совпадающие направления: 1) $[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma} \parallel [0\bar{2}1]_{\alpha}$, при этом выполняется условие $(112)_{\gamma} \parallel (012)_{\alpha}$ – ориентационное соотношение Курдюмова-Закса и 2) $[1\bar{1}0]_{\gamma} \parallel [3\bar{1}0]_{\kappa}$, при этом выполняется условие $(112)_{\gamma} \parallel (131)_{\kappa}$ – ориентационное соотношение «куб-куб».

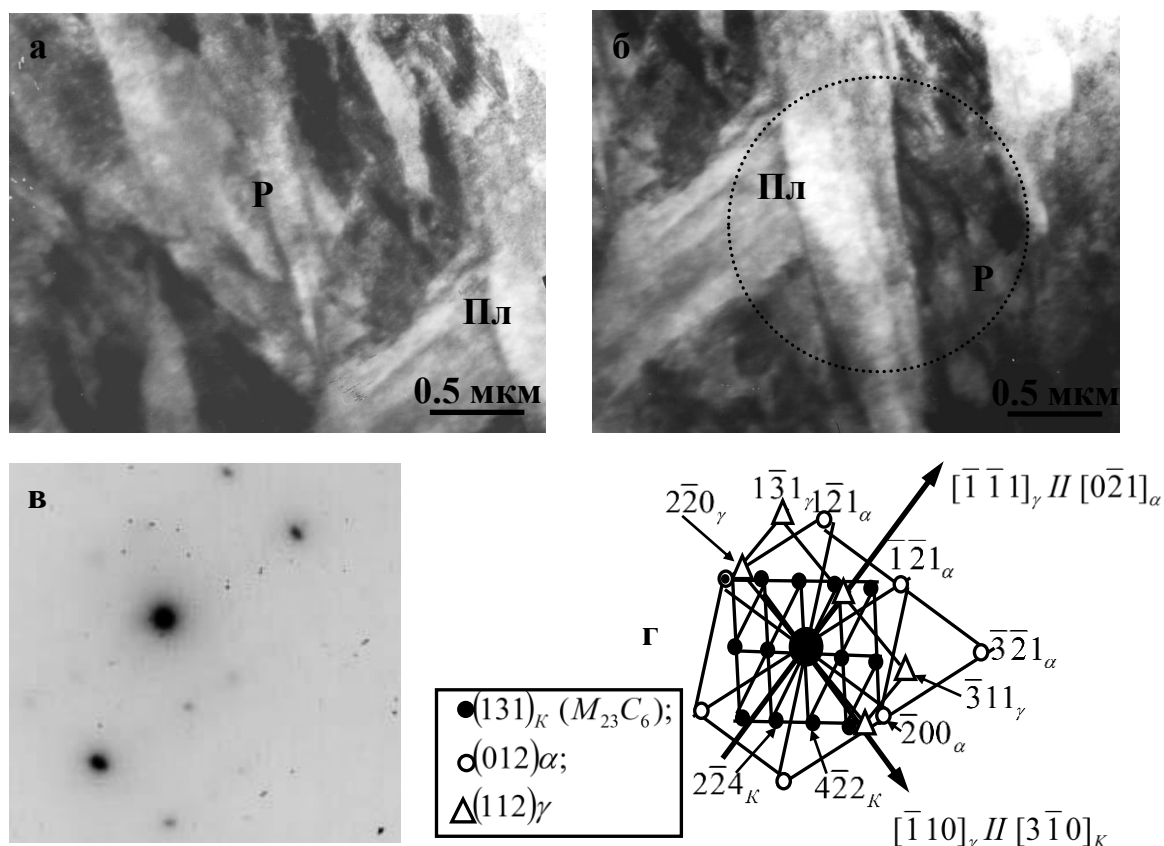


Рисунок 5.13 – Электронно-микроскопическое изображение стали 34ХН1М после поверхностной закалки

Таким образом, можно утверждать, что выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ обусловлено, во-первых, распадом мартенсита (α -фазы) и остаточного аустенита (γ -фазы), во-вторых, частичным растворением цементита и, в-третьих, уходом углерода с дислокаций и границ кристаллов α -фазы. То есть углерод из α - и γ -твердых растворов, частиц цементита и дефектов кристаллической решетки идет на образование карбидов типа $M_{23}C_6$.

Как следует из представленных выше рисунков, дислокационная структура как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите представляет плотные дислокационные сетки. Средняя скалярная плотность дислокаций ρ , рассчитанная методом прямоугольной сетки, в пакетном мартенсите оказалась равной $3,78 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В пластинчатом мартенсите средняя величина ρ несколько ниже и составляет величину, равную $3,0 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В целом по материалу $\rho =$

$3,47 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

Дислокационная структура как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите поляризована. На это указывает наличие во всех мартенситных кристаллах изгибных экстинкционных контуров, хорошо видимых на электронно-микроскопических изображениях. Подчеркнем, что такие контуры не являются результатом деформации образца при изготовлении из него тонкой фольги, т.к. применяемая методика при приготовлении фольг практически полностью исключает внесение артефактов. Наличие экстинкционных контуров – есть результат изгиба кристаллической решетки, или изгиба кристалла α -матрицы. При этом лишь небольшая часть кристалла находится в точном отражающем положении (контур). Чем меньше ширина контура, тем сильнее изогнут кристалл. Измерив и рассчитав среднюю толщину (величину поперечного размера) экстинкционного контура в любом участке материала можно определить амплитуду кривизны-кручения кристаллической решетки χ .

Проведенные измерения ширины экстинкционных контуров показали, что в пакетном мартенсите средняя ширина контура меньше, чем в пластинчатом. Это означает, что амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки α -фазы в пакетном мартенсите ($\chi = 515 \text{ см}^{-1}$) больше, чем в пластинчатом ($\chi = 460 \text{ см}^{-1}$), т.е. кристаллическая решетка в пакетном мартенсите изогнута больше, чем в пластинчатом.

Известно, что изгиб-кручение кристаллической решетки может быть пластическим (и тогда $\chi = \chi_{\text{пл}}$) и упругим (и тогда $\chi = \chi_{\text{упр}}$). В первом случае он обусловлен дислокационными зарядами, т.е. избыточной плотностью дислокаций ρ_{\pm} , локализованной в некотором объеме материала, где $\rho_{\pm} = \rho_{+} - \rho_{-} \neq 0$ (ρ_{+} и ρ_{-} – плотность, соответственно, положительно и отрицательно заряженных дислокаций). Во втором – нерелаксированными упругими напряжениями, накопленными из-за несовместности деформации, например, зерен. Возможен и упруго-пластический изгиб ($\chi = \chi_{\text{пл}} + \chi_{\text{упр}}$), когда в материале присутствуют оба источника полей. Для определения вида изгиба была рассчитана избыточная плотность дислокаций ρ_{\pm} согласно формулы $\rho_{\pm} = \chi/b$, где b – вектор Бюргера α -железа. Оказалось, что в пакетном мартенсите средняя величина $\rho_{\pm} = 2,06 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, в пластинчатом – $\rho_{\pm} = 1,84 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В целом по материалу величина $\rho_{\pm} = 1,97 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Сравнивая полученные значения ρ_{\pm} с величиной ρ в каждой структурной составляющей, можно утверждать, что как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите, т.е. во всем материале выполняется условие $\rho > \rho_{\pm}$. Это означает, что амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки во всем материале: $\chi = \chi_{\text{пл}}$, а изгиб-кручение кристаллической решетки имеет пластическую природу и обусловлен только дислокационными зарядами, т.е. избыточной плотностью дислокаций.

Изгиб-кручение кристаллической решетки привел к формированию дальнедействующих напряжений – внутренних напряжений, возникших в местах материала с избыточной плотностью дислокаций. Это – локальные (или моментные) внутренние напряжения σ_{δ} .

При изгибе-кручении кристаллической решетки, имеющей пластическую, была рассчитана амплитуда моментных внутренних напряжений. Оказалось, что в пакетном мартенсите $\sigma_{\delta} = 285$ МПа, в пластинчатом – 270 МПа. В целом по материалу $\sigma_{\delta} = 280$ МПа.

Известно, что, когда в материале дефектная структура представлена дислокациями, присутствует еще один вид внутренних напряжений – напряжения сдвига $\sigma_{л}$ (напряжения, создаваемые дислокационной структурой). Проведенные расчеты показали, что в пакетном мартенсите $\sigma_{л} = 390$ МПа, в пластинчатом – 345 МПа, в материале – 370 МПа.

Рассчитанные количественные параметры тонкой структуры стали 34ХН1М после поверхностной закалки для каждой морфологической составляющей (в пакетном и пластинчатом мартенсите), а также в целом по материалу представлены в таблице 3.2. В этой же таблице для сравнения приведены средние по материалу количественные параметры тонкой структуры исходного состояния стали.

Таблица 5.1 – Средние количественные параметры тонкой структуры

	Средние количественные параметры тонкой структуры					
	P_v	$\rho, \text{см}^{-2}$	$\rho_{\pm}, \text{см}^{-2}$	$\chi, \text{см}^{-1}$	$\sigma_{л}, \text{МПа}$	$\sigma_{\delta}, \text{МПа}$
После поверхностной закалки						
Пакетный мартенсит	60 %	$3,78 \cdot 10^{10}$	$2,06 \cdot 10^{10}$	515	390	285
Пластинчатый мартенсит	40 %	$3,0 \cdot 10^{10}$	$1,84 \cdot 10^{10}$	460	345	270
В материале	100 %	$3,47 \cdot 10^{10}$	$1,97 \cdot 10^{10}$	495	370	280
Исходное состояние						
В материале	100 %	$2,20 \cdot 10^{10}$	~ 0	~ 0	295	~ 0

Как видно из представленной таблицы, во-первых, все количественные параметры в пакетном мартенсите выше, чем в пластинчатом. Во-вторых, во всем материале после поверхностной закалки, как и в исходном состоянии, выполняются условия: $\rho > \rho_{\pm}$ и $\sigma_{л} > \sigma_{\delta}$. Это означает, что изгиб-кручение (искажение) кристаллической решетки стали 34ХН1М после поверхностной закалки также носит чисто пластический характер, который не приведет к образованию микротрещин в материале.

В таблице 5.2 приведены данные о структуре и трибомеханических характеристиках стали после ЭППУ. Экспериментальные данные наглядно иллюстрируют корреляцию между структурными и триботехническими характеристиками закаленных образцов.

Таблица 5.2 – Экспериментальные данные о структуре и трибомеханических характеристиках стали 34ХН1М

Материал	Характеристики								
	Фазовый состав	H _μ , МПа	f	j, 10 ⁻⁴ мм ³ /Нм	V, μm ³	σ _B , МПа	σ _{0,2} , МПа	H, GPa	E, GPa
34ХН1М, исходное состояние	α-фаза	2830±84,9	0,44±0,01	1,08±0,03	1,05±0,03	743±22,3	648±19,4	2,88±0,08	242,33±7,27
34ХН1М после ЭППУ, 2 с	α'-фаза, γ-фаза, М ₃ С, М ₂₃ С ₆	7420±222,6	0,37±0,01	0,32±0,01	0,6±0,01	835±25,1	740±22,2	8,12±0,24	296,25±8,88

Примечание: H_μ – микротвердость; f – коэффициент трения; j – интенсивность изнашивания; V – объем износа; σ_B – предел прочности; σ_{0,2} – предел текучести, H – нанотвердость, E – модуль Юнга.

Из обобщенных данных в таблице 5.2 можно увидеть значительное повышение трибологических и механических свойств стали после ЭПЗ, который приводит к образованию α'-фазы (мартенсит), γ'-фазы, цементита М₃С и карбида М₂₃С₆. Таким образом, установлено, что в результате РЕН поверхностный слой стали 34ХН1М обладает более высокой микротвердостью и износостойкостью. Увеличение микротвердости и износостойкости стали 34ХН1М после РЕН в частности связано с формированием мартенсита, а также формированием дефектной субструктуры. Особая роль при этом отдается мелкодисперсным частицам карбидных фаз. Известно из [182, 183], что эффекты повышения твердости и износостойкости прямым образом связаны с размерами и количеством дисперсных включений.

5.3 Выводы к главе 5

Таким образом, оценкой исследования структурно-фазового состояния и количественных характеристики основных морфологических составляющих дислокационной структуры стали 34ХН1М в состоянии поставки и после ЭППУ было установлено что:

- установлено, что в исходном состоянии сталь 34ХН1М представляет собой деформированный материал со средней скалярной плотностью дислокаций $2,2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, состоящей из структур пластинчатого перлита, феррито-карбидной смеси и фрагментированного феррита;

- выявлено, что в исходном состоянии стали 34ХН1М пластинчатый перлит присутствует с объемной долей 35% в виде практически идеального (с объемной долей 10%) и фрагментированного перлитов (с объемной долей 25%): идеальный пластинчатый перлит представляет собой чередующиеся параллельные пластины феррита (α-фазы) со средней скалярной плотностью дислокаций $2,0 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и цементита (карбид железа/хрома ((Fe,Cr)₃C) или М₃С) с нулевой скалярной плотностью дислокаций, а также фрагментированный перлит структура которого ориентированные в основном поперек ферритных

пластин со средней величиной скалярной плотностью дислокаций внутри фрагментов $1,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$;

- установлено, что феррито-карбидная смесь – это вторая составляющая структуры материала стали в исходном состоянии стали 34ХН1М, которая фактически представляется смесью зерен α -фазы и цементита, с общей объемной долей в материале $\sim 45\%$, со скалярной плотностью дислокаций внутри фрагментов α -фазы – $2,25 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$;

- определено, что третьей составляющей структуры в исходном состоянии стали 34ХН1М, является фрагментированный феррит с объемной долей структуры в материале 20 %, а также со средней величиной скалярной плотности дислокаций внутри фрагментов α -фазы – $2,95 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$;

- выявлено, что ЭППУ стали 34ХН1М привела к формированию пакетно-пластинчатого мартенсита с объемными долями 60 % и 40 % соответственно и γ -фазы в виде остаточного аустенита долями в кристаллах пакетно-пластинчатого мартенсита 5 % и 7 % соответственно, а так же частиц карбидной фазы, а именно, цементита долями в кристаллах пакетно-пластинчатого мартенсита 0,6 % и 1,5 % соответственно и сложного карбида $M_{23}C_6$ с долями в кристаллах пакетно-пластинчатого мартенсита 0,15 % и 0,35 % соответственно;

- установлено, что после ЭППУ стали 34ХН1М дислокационная структура как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите представляет плотные дислокационные сетки со значениями ρ скалярной плотности дислокаций пакетного и пластинчатого мартенсита $3,78 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и $3,0 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ что выше, чем в исходном состоянии;

- определено, что дислокационная структура как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите поляризована, на что указывает наличие во всех мартенситных кристаллах изгибных экстинкционных контуров, что не является следствием деформации образца при изготовлении фольги, а является результатом изгиба кристаллической решетки или кристалла α -матрицы;

- выявлено, что в пакетном мартенсите средняя ширина контура меньше, чем в пластинчатом, это означает, что амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки α -фазы в пакетном мартенсите ($\chi = 515 \text{ см}^{-1}$) больше, чем в пластинчатом ($\chi = 460 \text{ см}^{-1}$), т.е. кристаллическая решетка в пакетном мартенсите изогнута больше, чем в пластинчатом;

- установлено, что в пакетном мартенсите средняя величина избыточной плотности дислокации равно $\rho_{\pm} = 2,06 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, а в пластинчатом – $\rho_{\pm} = 1,84 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, также в целом по материалу $\rho_{\pm} = 1,97 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, это дает возможность утверждать в каждой структурной составляющей, как в пакетном, так и в пластинчатом мартенсите, и во всем материале выполняется условие $\rho > \rho_{\pm}$. Это означает, что амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки во всем материале $\chi = \chi_{пл}$, а изгиб-кручение кристаллической решетки имеет пластическую природу.

- определено, что изгиб-кручение кристаллической решетки привел к формированию дальнедействующих напряжений σ_{∂} и напряжения сдвига σ_{Δ} ,

которые имеют следующие значения: амплитуда внутренних дальнедействующих напряжений пакетного и пластинчатого мартенсита равны $\sigma_{\delta} = 285$ МПа и $\sigma_{\delta} = 270$ МПа, а амплитуда напряжений сдвига имеют значения, $\sigma_L = 390$ МПа и $\sigma_L = 345$ МПа, то есть выполняется условие $\sigma_L > \sigma_{\delta}$, что в свою очередь подтверждает пластическую природу изгиба-кручения кристаллической решетки не приводящий к разрушению материала.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

Анализируя экспериментальные результаты, полученные в рамках настоящей диссертационной работы, можно сделать следующие основные выводы:

1. Разработан способ упрочнения легированных сталей, который осуществляется в электролите на основе водного раствора карбоната натрия и карбамида путем локального плазменного воздействия на поверхность обрабатываемого материала при подаче напряжения между обрабатываемым материалом и жидким электролитным катодом 320В в течении 2 сек и охлаждения при отключении напряжения за счет теплоотвода вглубь материала и воздействия направленного потока электролита, находящийся в циркуляционном режиме.

2. Установлено, что технология электролитно-плазменного поверхностного упрочнения способствует формированию на поверхности сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А модифицированного слоя со средней толщиной ~ 1,5 мм с улучшенными механотрибологическими и трибокоррозионными параметрами, состоящего из закаленного слоя с морфологическим составляющими фаз мелкозернистого мартенсита, и промежуточного слоя со структурой, состоящей из зерен перлита и мартенсита.

3. Определено, что после ЭППУ в низкоуглеродистых сталях формируется модифицированный слой из мартенсита с остаточным аустенитом, а среднеуглеродистых сталях формируются мартенсит с остаточным аустенитом и цементит. При этом основа материала, состоящий из ферритной или ферритно-перлитной структуры, не изменяется, т.е. деталь сохраняет свою вязкую сердцевину. Наличие остаточного аустенита и цементита в поверхностных слоях положительно влияют на эксплуатационные свойства деталей.

4. Выявлено, что ЭППУ позволяет модифицировать механотрибологические свойства сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А следующим образом: микротвердость поверхности повышается для стали 40ХН в 2,17 раза, для стали 34ХН1М в 2,62 раза и для стали 20Х2Н4А в 2,20 раза, а показатель коэффициент трения снизилось в среднем по всем образцам в ~1,5 раза, а так же трибологические параметры интенсивность и объем изнашивания при трении скольжении для стали 40ХН уменьшилось в 10,4 и 4,33 раза, для стали 34ХН1М в 3,4 и 1,8 раза, для стали 20Х2Н4А в 2,04 и 3,4 раза, что подтверждает упрочнение поверхности материала.

5. Установлено, что ЭППУ положительно влияет на трибокоррозионные параметры сталей 40ХН, 34ХН1М и 20Х2Н4А за счет формирования модифицированного слоя состоящих из упрочняющих фаз, таких как α' -фаза (мартенсит), γ' -фаза и карбиды Fe_3C , так коэффициент упрочнения образцов сталей вырос в среднем по всем сталям в ~2,3 раза, а параметры при абразивном изнашивании - коэффициент относительной износостойкости увеличился в среднем в ~2,5 раза и показатель потери массы снизился в ~1,6 раз, так же для этих сталей коррозионные параметры улучшились следующим образом:

скорость коррозии в среднем уменьшилось в $\sim 1,5$ раза, а масса утерянная в процессе коррозии в среднем снизилась в $\sim 1,6$ раз в зависимости от исходного состояния, что доказывает эффективность применения ЭППУ для этих сталей.

6. Проведенные исследования методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии показали, что:

- поверхностная закалка стали феррито-перлитного класса 34ХН1М привела к изменению структурно-фазового состояния и образованию структуры пакетно-пластинчатого мартенсита;

- поверхностная закалка привела к выделению мелких частиц цементита и карбида типа $M_{23}C_6$, равномерно расположенных по всему объему материала;

- поверхностная закалка привела к поляризации дислокационной структуры, искажению кристаллической решетки и формированию внутренних дальнедействующих напряжений, однако изгиб-кручение кристаллической решетки носит чисто пластический характер, не приводящий к образованию микротрещин в материале;

- поверхностная закалка привела к увеличению всех количественных параметров тонкой структуры (ρ , ρ_{\pm} , χ , σ_L , σ_d), что приведет к дополнительному упрочнению материала на пределе текучести;

- образование новых границ (реек и пластин) и равномерно расположенные мелкие частицы карбидной фазы (цементит и $M_{23}C_6$) также должны привести к существенному упрочнению стали по сравнению с исходным состоянием.

7. На основе изучения тонкой структуры стали 34ХН1М была установлена, что основными механизмами упрочнения сталей феррито-перлитного класса являются: выделению мелких частиц цементита и карбида типа $M_{23}C_6$, равномерно расположенных по всему объему материала; поляризация дислокационной структуры; искажение кристаллической решетки и формированию внутренних дальнедействующих напряжений; увеличение всех количественных параметров тонкой структуры (ρ , ρ_{\pm} , χ , σ_L , σ_d).

Таким образом, проведенные исследования показали перспективность и целесообразность применения разработанного способа для повышения эксплуатационных свойств деталей, работающих в условиях трения и изнашивания. Суть данного способа, который заключается в нагреве детали в течение 2 с в электролите, содержащем 10 % карбоната натрия и 20 % карбамида, рекомендуется применить для упрочнения тяжело нагруженных деталей из сталей 40ХН, 20Х2Н4А и 34ХН1М без дополнительной термической обработки. ЭППУ обеспечивает достижение технико-экономического эффекта за счет применения простого оборудования, не дорогих водных растворов, сокращения продолжительности обработки, а также в результате повышения износостойкости, микротвердости сталей.

Оценка полноты решения поставленных задач

Все поставленные задачи диссертационной работы решены в полном объеме. Намеченные экспериментальные работы выполнены, анализ полученных результатов проведен совместно с научными консультантами и коллегами. Полученные результаты и выводы не противоречат основным

положениям физики конденсированного состояния и апробированы в ряде Международных конференций и опубликованы в рейтинговых изданиях.

Оценка научного уровня диссертационной работы

Высокий научно-технический уровень результатов диссертационной работы обеспечивается применением хорошо апробированных экспериментальных методов и методик исследования, большим количеством экспериментальных данных и их статистической обработкой. Основные результаты диссертации опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования МНиВО РК, а также в рецензируемых зарубежных научных журналах, входящих в базы данных Web of Science и Scopus, и в сборниках материалов международных и отечественных конференций.

В заключении автор выражает огромную благодарность научным консультантам: начальнику научного центра АО "Ульбинский металлургический завод", доктору физико-математических наук, профессору Кылышканову Манарбеку Калымовичу, доктору философии (PhD), ассоциированному профессору кафедры физики и технологий Восточного-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова Рахадилу Бауыржану Корабаевичу и доктору технических наук, профессору кафедры «Основы конструкций машин и трибологии» Вроцлавского технологического университета Войцех Казимир Виелебе за помощь и поддержку при подготовке диссертационной работы.

Отдельная благодарность выражается доктору философии (PhD), ведущему научному сотруднику НИЦ «Инженерия поверхности и трибология» Сагдолдиной Жулдыз Болаткызы и доктору философии (PhD), старшему научному сотруднику НИЦ «Инженерия поверхности и трибология» Журеровой Лайле Гылыммеденовне за поддержку и помощь в исследовательской работе, постоянное внимание и обсуждение результатов, организацию исследований. Выражаю огромную благодарность всем сотрудникам научно-исследовательского центра «Инженерия поверхности и трибология» и кафедры физики и технологий Восточного-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова за поддержку и помощь на протяжении всего периода обучения в докторантуре.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Степанова Т.Ю. Технологии поверхностного упрочнения деталей машин : учебное пособие / Т.Ю. Степанова; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2009. – 64 с. – ISBN 5-9616-0315-4.
- 2 Гуляев А.П. Металловедение : Учебник для втузов / А.П. Гуляев. – 5-е изд., перераб. – М.: Металлургия, 1977. – 647с.
- 3 Дисперсионное упрочнение стали / М.И. Гольдштейн, В.М. Фарбер. – М.: Металлургия, 1979. – 208с.
- 4 Производство зубчатых колёс газотурбинных двигателей : монография / Ю.С. Елисеев, В.В. Крымов, И.П. Нежурин, В.С. Новиков, Н.М. Рыжов. – Москва : Высш. шк., 2001. – 495 с. – ISBN 5-06-004192-1.
- 5 Калашников А.С. Современные методы обработки зубчатых колёс : учебное пособие / А.С. Калашников, Ю.А. Моргунов, П.А. Калашников; МАМИ – Москва : Издательский дом «Спектр», 2012. – 238 с. – ISBN 978-5-4442-0009-4.
- 6 Сафонов Е.Н. Плазменная закалка деталей машин : монография / Е.Н. Сафонов. – Нижний Тагил : НТИ (филиал) УрФУ, 2014. – 116 с. – ISBN 978-5-9544-0064-9.
- 7 Самотугин С.С. Плазменное микро- и наноструктурирование поверхности инструментальных сталей / С.С. Самотугин, В.А. Мазур // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 4. – С. 29-37.
- 8 Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов : в 2 т. / И. Суминов [и др] ; под общ. ред. И.В. Суминова; «МАТИ» - Российский гос. технологический ун-т им. К.Э. Циолковского. – М: Техносфера, 2011. – Т.1. – 464 с.
- 9 Yerokhin A.L., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowey S.J. Plasma electrolysis for surface engineering // Surface and Coatings Technology. – 1999. – Vol. 122. – P. 73-93.
- 10 Коротков В.А. Поверхностная плазменная закалка / В.А. Коротков; М-во образования и науки РФ; ФГАОУ ВПО «УрФУ им. Первого Президента России Б.Н. Ельцина», Нижнетагил. технол. ин-т (фил.). – Нижний Тагил : НТИ (филиал) УрФУ, 2012. – 64 с. ISBN 978-5-9544-0060-1
- 11 Влияние плазменно-дуговой обработки на структурные превращения и поверхностное упрочнение углеродистых и легированных сталей / Д.С. Ставрев, Л.М. Капуткина, С.К. Киров [и др] ; МиТОМ, 1996. – №9. – 16-19 с.
- 12 Производство зубчатых колёс газотурбинных двигателей / Ю.С. Елисеев, В.В. Крымов, И.П. Нежурин [и др]. – М.: Высшая школа, 2001. - 495 с.
- 13 Тушинский Л.И., Батаев А.А., Тихомирова Л.Б. Структура и конструктивная прочность стали. – Новосибирск: Наука, 1993. – 280с.
- 14 Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов / И.В. Суминов, П.Н. Белкин, А.В. Эпельфельд [и др]. – Под ред. И.В. Суминова. В 2 т. Т. 1 – Москва : Техносфера, 2011. – 464 с.

15 Патент на полезную модель №27523, заявл. 09.07.12; опубл. 21.11.13, Бюл. №12 Способ электролитно-плазменного упрочнения деталей и устройство для его осуществления. Л.Б. Баятанова, Л.Г. Журерова, М.К. Скаков, А.М. Жилкашинова, Е.Е. Сапатаева, Ш.Р. Курбанбеков, Г.К. Уазырханова.

16 Mehdi Karimi Zarchia, Mohamad Hosein Shariata, Seyed Adolghasem dehghana, Soheil Solhjoob: Characterization of nitrocarburized surface layer on AISI 1020 steel by electrolytic plasma processing in an urea electrolyte // Journal of materials Research and Technolgy. – 2013 - №3. – P.213-220.

17 Дураджи В. Н. Химико-термическая обработка металлов с нагревом в электролитной плазме / В.Н. Дураджи // Технологии обработки поверхности. – 2010. – №6. – С. 59-61.

18 Изотов В.И., Хандаров П.А. Классификация мартенситных структур в сплавах железа // ФММ. - 1972. - Т.34, №2. - С. 332-338.

19 Счастливец В.М., Копцева Н.В., Артемова Т.В. Электронно-микроскопическое исследование структуры мартенсита в малоуглеродистых сплавах железа // ФММ. – 1976. – Т.41. – №5. – С. 1251-1260.

20 Петров Ю.Н. Дефекты и бездиффузионное превращение в стали / Ю.Н. Петров. – Киев: Наукова думка, 1978. - 267с.

21 Jiang Yong-Feng, Bao Ye-feng, Yang Ke. Effect of C/N Concentration Fluctuation on Formation of Plasma Electrolytic Carbonitriding Coating on Q235 // Journal of Iron and Steel Research, International. – 2012. – Vol. 19, №11. – P. 39-45.

22 Сафонов, Е.Н. Плазменная закалка деталей машин: монография / Е. Н. Сафонов. – Нижний Тагил: НТИ (филиал) УрФУ, 2014. – 116 с.

23 Самоутугин С.С. Плазменное микро- и наноструктурирование поверхности инструментальных сталей // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 4. – С. 29-37.

24 Vladimirov B.V.,Krit B.L.,Ludin V.B.,Morozova N.V., et al. Microarc Discharge Oxidizing of Magnesium Alloys: A Review // Surf. Eng. Appl. Electrochem. – 2014. – Vol. 50(3). – P. 195-232.

25 Meletis E.I., Nie X., Wang F.L., Jiang J.C. Electrolytic plasma processing for cleaning and metal-coating of steel surfaces // Surf. Coat. Technol. – 2002. – Vol. 150. – P. 246-256.

26 Kusmanov S.A., Smirnov A. A., Kusmanova Yu.V., Belkin P.N. Anode plasma electrolytic nitrohardening of medium carbon steel // Surf. Coat. Technol. – 2015. – Vol. 269. – P. 308-313.

27 Tarakci M., Korkmaz K., Gencer Y., Usta M. Plasma electrolytic surface carburizing and hardening of pure iron // Surf. Coat. Technol. – 2005. – Vol. 199(2–3). P. 205-212.

28 Kusmanov S.A., Shadrin S.Yu., Belkin P.N. Carbon Transfer From Aqueous Electrolytes to Steel by Anode Plasma Electrolytic Carburising // Surf. Coat. Technol. – 2014. – Vol. 258. P. 727-733.

29 Taheri P., Dehghanian Ch., Aliofkhazraei M., Rouhaghdam A.S. Evaluation of Nanocrystalline Microstructure, Abrasion, and Corrosion Properties of Carbon Steel

Treated by Plasma Electrolytic Bording // Plasma Process. Polym. – 2007. – No. 4. – P. 711-716.

30 Wang B., Xue W., Wu J., Jin X., et al. Characterization of Surface Hardened Layers on Q235 Low-Carbon Steel Treated by Plasma Electrolytic Borocarburing // J. Alloys Comp. – 2013. – V. 578. – P. 162-169.

31 Taheri P., Dehghanian Ch., Aliofkhazraei M., Rouhaghdam A.S. Nanocrystalline Structure Produced by Complex Surface Treatments: Plasma Electrolytic Nitrocarburing, Boroniriding, Borocarburing, and Borocarboniriding // Plasma Process. Polym. – 2007. – No. 4. – P. 721-727.

32 Belkin P.N., Kusmanov S.A., Smirnov A.A. Plasma Electrolytic Hardening and Nitrohardening of Me- dium Carbon Steels // Mate rials Science Forum. – 2016. – V. 844. – P. 146-152.

33 Rakhadilov B.K., Buranich V.V., Satbayeva Z.A. Sagdoldina Zh.B., Kozhanova R.S., Pogrebnjak A.D. The cathodic electrolytic plasma hardening of the 20Cr2Ni4A chromium-nickel steel // Journal of Materials Research and Technology. – 2020. – V. 9(4). – P.6969-6976.

34 Белкин П.Н., Пасинковский Е.А. Термическая и химико-термическая обработка сталей при нагреве в растворах электролитов // Металловедение и термическая обработка металлов. -1989. - N 5. – С.12-17.

35 Хомутов О.И., Плеханов Г.В., Терентьев С.Д., Хомутов С.О. Исследование электролитно-плазменного процесса // Ползуновский альманах 1-2. – 2001. – С.10-19.

36 Ясногородский Я.З. Автоматический нагрев в электролите / И.З. Ясногородский; Под ред. инж. В.С. Бабаева. – М.: Оборонгиз, 1947. – 24 с.

37 Тюрин Ю.Н. Особенности электролитно-плазменной закалки // 3-International Conference «Interaction of Radiation with Solids». Belarus. – 1999. – С. 210-213.

38 Sengupta S.K., Singh O.P. Contact Glow Discharge Electrolysis: a Study of its Onest and Location // J. Electroanal. Chem. – 1991. – Vol. 301. – P. 189-197.

39 Belkin P.N., Ganchar V.I., Petrov Yu.N. Study of the Vapor Film Conductivity at the anode electrolyte heating // Dokl. Akad. Nauk SSSR. – 1986. – Vol. 291. – No. 5. - P. 1116-1119.

40 Бершнайдер С. Свойства газов и жидкостей : Инженерные методы расчета: Пер.с польск. / Д-р-инж. Станислав Бретшнайдер, проф.; Под.ред. чл-кор. АН СССР П.Г. Романкова. – М; Ленинград : Изд-во «Химия», 1966. - 536 с.

41 Shadrin S.Yu., Belkin P.N. Analysis of models for calculation of temperature of anode plasma electrolytic heating // Int. J. Heat Mass. Transf. – 2012. – Vol. 55. – P. 179-186.

42 Свойства газов и жидкостей : Определение и корреляция / Р.К. Рид, Т.К. Шервуд ; Пер. С англ. канд. хим. наук И.П. Плановской ; Под ред. проф. А.Н. Плановского. – М: Гостоптехиздат, 1964. – 334 с.

43 Yerokhin A.L., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowey S.J. Plasma electrolysis for surface engineering // Surf. Coat. Technol. – 1999. – Vol. 122(2-3). – P. 73-93.

- 44 Ganchar V.I., Dmitriev E.G. Current-voltage diagrams and voltage-temperature characteristics of the anode heating // Eng. Appl. Electrochem. – 1989. – No. 2. – P. 23-25.
- 45 Belkin P. Anode electrochemical thermal modification of metals and alloys // Surf. Eng. Appl. Electrochem. – 2010. – Vol. 46. – No. 6. – P. 558-569.
- 46 Sutherland W. LXXV. A dynamical theory of diffusion for non-electrolytes and the molecular mass of albumin // The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science. – 1905. – 9(54). – P. 781-785.
- 47 Шадрин С.Ю. Теплофизические особенности электролитно-плазменного нагрева металлов и сплавов // Вестник Костромского государственного университета им. Н.А. Некрасова. – 2013. – Т. 19. - № 5. – С. 15-19.
- 48 Электрохимическая и электромеханическая обработка металлов / А.Л. Вишницкий, И.З. Ясногородский, И.П. Григорчук ; Под ред. канд. техн. наук Л.Я. Попилова. – Ленинград : Машиностроение. – 1971. – С. 117-168.
- 49 Belikhov A.B., Belkin P.N. The anode carburizing of the powder steels // Elektron. Obrab. Mater. (Russia). – 1998. – Nos. 5-6. – P. 23-31.
- 50 Yasnogorodskii I.Z., Avtomob. Trakt. Prom-st. – 1954. – No. 6. – P. 21-24.
- 51 Belkin P.N. Effect of Anode Temperature During Heating in an Electrolyte Plasma (in the Chemico-Heat Treatment of metals) // Elektron. Obrab. Mater. – 1976. – No. 2. – P. 40-42.
- 52 D'yakov I.G., Belkin V.S., Shadrin S.Yu., Belkin, P.N. Peculiarities of heat transfer at anodic plasma electrolytic treatment of cylindrical pieces // Surf. Eng. Appl. Electrochem. – 2014. – V. 50. – No. 4. – P. 346-355.
- 53 Ясногородский И.З. Использование в промышленности нагрева в электролите : (Сокр. Стенограмма лекции...) / Инж. И.З. Ясногородский, лауреат Сталинской премии ; Всесоюз. о-во по распространению полит. и науч. знаний. – Ленингр. дом науч.-техн. пропаганды. – Ленинград. – 1953. – 40 с.
- 54 Belkin P.N., Kusmanov S.A. Plasma Electrolytic Hardening of Steels: Review // Surface Engineering and Applied Electrochemistry. – 2016.- Vol. 52. - No. 6. – P. 531-546.
- 55 Kellogg H.H. Anode effect in aqueous electrolysis // J. Electrochem. Soc. – 1950. – Vol. 97. – No. 4. – P. 133-142.
- 56 Ганчар В.И., Загардан И.М., Дикусар А.И. Анодное растворение железа в процессе электролитного нагрева // Электронная обработка материалов. – 1994. – № 4. С. 69-77.
- 57 Belkin P.N., Ganchar V.I., Davydov A.D., Dikusar A.I., et al. Anodic heating in aqueous solutions of electrolytes and its use for treating metal surface // Surf. Eng. Appl. Electrochem. – 1997. – Vol. 31. – No. 2. – P. 1-15.
- 58 Shadrin S.Yu., Zhironov A.V., Belkin P.N. Formation regularities of gaseous vapour plasma envelope in electrolyzer // Surf. Eng. Appl. Electrochem. – 2016. – Vol. 52. – No. 1. – P. 110-116.
- 59 Komarov A.O. Belkin P.N. // Powder Metall. Funct. Coat. – 2008 – No. 2. – P. 46-49.

60 Калетина Ю.В. Фазовые и структурные превращения в легированных сталях и сплавах под действием магнитного поля и термической обработки : дис. доктора технических наук : 05.16.01 / Калетина Юлия Владимировна ; Ин-т физики металлов УрО РАН. – Екатеринбург, 2009. – 319 с.

61 Майоров В.С. Лазерное упрочнение металлов // «Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок.» / Под ред. В.Я.Панченко. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 664 с.

62 Иванов Ю.Ф. Электронно-микроскопические исследования структуры и фазового состава цементованного слоя стали 20Х2Н4М // Изв. вузов. Черная металлургия. – 1990. – №6. – С. 55-56.

63 Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Электронно-микроскопический анализ мартенситной фазы стали 38ХН3МФА // Изв. вузов. Черная металлургия. – 1991. – №8. – С.38-41.

64 Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Многоступенчатая схема мартенситного превращения низко- и среднеуглеродистых малолегированных сталей // Материаловедение. – 2000. – №11. – С.33-37.

65 Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Объемная и поверхностная закалка конструкционной стали – морфологический анализ структуры // Изв. вузов. Физика. – 2002. – №3. – С.5-23.

66 Вознесенский В.В., Изотов В.И., Добриков А.А., Козлов А.П. Влияние величины исходного аустенитного зерна на структуру и предел текучести закаленной на мартенсит стали // ФММ. – 1975. – Т.40. – №1. – С.92- 101.

67 Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Исследование параметров аустенизации на морфологию мартенситной фазы стали 38ХН3МФА // ФММ. – 1991. – №11. – С. 202-205.

68 Бернштейн М.Л., Спектор Я.И., Дягтерев В.Н. Влияние температуры аустенизации и горячей деформации на структуру и механические свойства стали 40ХН2МА // ФММ. – 1982. – Т.53. – №1. – С. 68-75.

69 Мирзаев Д.А., Карзунов С.Е., Счастливец В.М. и др. Гамма - альфа превращение в низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr // ФММ. – 1986. – Т.61. – №2. – С. 331-338.

70 Структура термически обработанной стали / В.М. Счастливец, Д.А. Мирзаев, И.Л. Яковлева. – М.: Металлургия, 1994. – 288 с.

71 Akzhigitov, D., Srymbetov, T., Golman, B., Spitas, C., & Utegulov, Z. N. (2022). Applied stress anisotropy effect on melting of tungsten: Molecular dynamics study. Computational Materials Science, 204.

72 Akzhigitov, D., Srymbetov, T., Golman, B., Spitas, C., & Utegulov, Z. N. (2020). Melting of tungsten under uniaxial and shear stresses: Molecular dynamics simulation. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 28(7).

73 Технологические лазеры : справочник / Г.А. Абельситов, В.С. Голубев, В.С. Майоров и др. // Под общ. ред. Г.А. Абельситова. Т.1. - М.: Машиностроение, 1991. – 432 с.

74 Андрияхин В.М., Майоров В.С., Чеканова Н.Т., Якунин В.П. Экспериментальная проверка расчетов термоупрочнения железоуглеродистых сплавов с помощью СО₂- лазера непрерывного действия// Поверхность. Физика, химия, механика. – 1983. – № 9. – С. 145-150.

75 Попов А.А., Попова Л.Е. Изотермические и термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита: Справочник термиста. // М.: Металлургия, 1965. – 489 с.

76 Popova N.A., Nikonenko E.L., Koneva N.A., Kozlov E.V., Erygina L.A., Skakov M.K. Phase Transformations in 0.34C-1Cr-1Ni-1Mo-Fe Steel under the Action of Electrolytic Plasma Nitrocarburizing // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2017. – Т. 81. – № 3. – С. 354-356.

77 Ерыгина Л.А., Н.А. Попова, Е.Л. Никоненко, Скаков М.К. Влияние электролитно-плазменного азотирования на фазовый состав перлитной стали // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – г. Томск.: в 7 т. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. – Т. 1 : Физика. – С. 111-113.

78 Popova N., Erygina L., Nikonenko E., Skakov M. Influence of electrolytic plasma nitriding mode on structural phase state of pearlitic steel // MATEC Web of Conferences. – 2018. – P. 143, 03004.

79 Popova N., Erygina L., Nikonenko E., Kalashnikov M., Skakov M. Structure and phase transformations in 0.34C-1Cr-1Ni-1Mo-Fe steel after electrolytic-plasma treatment // AIP Conference Proceedings [this link is disabled](#). – 2017. – P. 1909, 020179.

80 Popova N., Erygina L., Nikonenko E., Skakov M. Phase composition of perlite steel modified by electrolyte plasma nitriding // AIP Conference Proceedings. – 2017. – P. 1899, 030002.

81 Тюрин Ю.Н. // А.С. № 1311263, № 1312974 СССР // МКИЗ С21BD 1/14. Способ упрочнения стальных деталей. Приор, от 22.05.87., 11.04.87.

82 Тюрин Ю.Н. // Патент России №2119538 // МКИЗ С21BD 1/14. Способ закалки дисковых пил. Приор. 15.07.97. Бюл. №27 от 27.09.98

83 Тюрин Ю.Н. Особенности электролитно-плазменной закалки (ЭПЗ) // 3-я международная конференция «Взаимодействие излучения с твердым телом». - 1999. – С. 210-213.

84 Тюляпин А.И., Тюрин Ю.Н., Трайнов А.И. // Электролитно-плазменная закалка дисковых пил. МИТОМ, - №1, -1998. - С. 9-10.

85 Vishnitskii A.L., Yasnogorskii I.Z., and Grigorchuk I.P., Elektrokhimicheskaya i elektromekhanicheskaya obrabotka metallov (Electrochemical and Electromechanical Treatment of Metals), Leningrad: Mashinostroenie, 1971, pp. 117–168.

86 Belkin P.N. and Kusmanov S.A. Plasma Electrolytic Hardening of Steels: Review // Surface Engineering and Applied Electrochemistry, 2016, Vol. 52, No. 6, pp. 531–546.

87 Belkin P.N. Surf. Eng. Appl. Electrochem., 2010, vol. 46, no. 6. – pp. 558–569.

88 Суминов И.В., Белкин П.Н., Эпельфельд А.В. и др. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов / под ред. И.В. Суминова; в 2-х т. – М: Техносфера, 2011. – Т.1. - 464 с.

89 Tyurin Y.N., Kolisnichenko O.V., Baskaran B.V., Angayasamy S. Plasma for modification of a surface // Square Energy Equipments Pvt. Ltd., Thuvakudi, India, 2018. - 362 p.

90 Tyurin Y.N., Pogrebnyak A.D. Electrolytic Plasma Thermal Cycling Hardening // Surface & Coatings Technology 142-144 (2002). – P. 293-299.

91 Тюрин Ю.Н., Колисниченко О.В. Electrolytic-plasma treatment of wear surfaces sliding bearings // Электролитно-плазменная обработка изнашиваемых поверхностей подшипников скольжения // Сварщик. - 2012. - N 1. - С. 18-23.

92 Tabiyeva E, Rahadilov B, Uazyrkhanova G, Satbaeva Z., Kengesbekov A. Influence of electrolytic-plasma surface hardening on the surface properties of bandage steel, ISSN 0208-7774. TRIBOLOGIA. – 4/2019. – P.105-111.

93 Tabiyeva Y.Y., Uazyrkhanova G.K., Zhurerova L.G., Maulit A., Baizhan D. Surface modification of steel mark 2 electrolytic-plasma exposure Eurasian Journal of Physics and Functional Materials., 2019, 3(4), P.355-362.

94 Кенесбеков А.Б., Туякбаев Б.Т., Калибаев К.А. Модификация поверхности стали 20ГЛ электролитно-плазменным воздействием // Физика твердого тела, функциональные материалы и новые технологии (ФТТ-2018): Материалы XIV Междунар. науч. конф., посвящ. 80-летию основателя конф. проф. Т.А. Кукетаева. – Караганда: Изд-во КарГУ, 2018, С. 136-139.

95 Байжан Д.Р., Сагдолдина Ж.Б., Кенесбеков А.Б. Структурное превращение в стали 20ГЛ после электролитно-плазменной поверхностной закалки // Вестник НЯЦ РК. – 2018, №3, С.99-102.

96 Rakhadilov B.K., Zhurerova L., Sagdoldina Zh.B. Applying surface plasma hardening for improving the tribological characteristics of steel parts // Tribologia . – 2019. – P.49-55.

97 Rakhadilov B.K., Tabieva E., Zhurerova L. Plasma-electrolytic Nitriding of 0.3Cr-1Mn-1Si-Fe Construction Steel // Metallurgy and Materials: 28th Intern. Confer. Czech Republic. – Brno, 2019. – P.137.

98 Патент на полезную модель № 5365., Способ упрочнения железнодорожных колес., Дата регистрации в Государственном реестре полезных моделей РК 11.09.2020., Рахадиллов Б.К., Байжан Д.Р., Уазырханова Г.К., Табиева Е.Е.

99 Приборы и методы физического металловедения / под ред. Вейнберга Ф.; пер. с англ. – М.: Мир, 1973. – Вып. 1. – 427 с.

100 Рентгенографический и электронно-оптический анализ : учеб. пособие для вузов по направлению «Материаловедение и технология новых материалов» / С.С Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев.– М.: МИСИС, 2002. – 360 с.

101 Григоревич В.К. Твердость и микротвердость металлов / АН СССР. Ин-т металлургии им. А.А. Байкова. – М.: Наука, 1976. – 230 с.

- 102 Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хови А., Николсон П. [и др]. – М.: Мир, 1968. – 574 с.
- 103 Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. – М.: Metallurgia, 1973. – 584 с.
- 104 Конева Н.А., Лычагин Д.В., Теплякова Л.А. и др. Развороты кристаллической решетки и стадии пластической деформации // Экспериментальное исследование и теоретическое описание дисклинаций. – Л.: ФТИ, 1984. – С. 161-164.
- 105 Конева Н.А., Лычагин Д.В., Жуковский С.П. и др. Эволюция дислокационной структуры и стадии пластического течения поликристаллического железоникелевого сплава // ФММ. – 1985. – Т. 60. – № 1. – С. 171-179.
- 106 Конева Н.А., Козлов Э.В. Природа субструктурного упрочнения // Известия вузов. Физика. – 1982. – № 8. – С. 3-14.
- 107 Физика и механика волочения и объемной штамповки / Отв. ред.: В.Е. Громов, Э.В. Козлов. - М. : Недра, 1997. - 293 с.
- 108 Глаголев А.А. Геометрические методы количественного анализа агрегатов под микроскопом. – Львов: Госгеоліздат, 1941. – 264с.
- 109 Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. - М.: Metallurgia, 1970. – 376с.
- 110 Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. – М.: Мир, 1968. – 574с.
- 111 Чернявский В.С. Стереология в металловедении. – М.: Metallurgia, 1977. – 280с.
- 112 Конева Н.А., Козлов Э.В. Природа субструктурного упрочнения // Изв. вузов. Физика. – 1982. - №8. – С. 3-14.
- 113 Теплякова Л.А., Игнатенко Л.Н., Касаткина Н.Ф. и др. Закономерности пластической деформации стали со структурой отпущенного мартенсита // Пластическая деформация сплавов. Структурно-неоднородные материалы. - Томск: ТГУ, 1987. - С. 26-51.
- 114 Конева Н.А., Козлов Э.В. Физическая природа стадийности пластической деформации // Изв. вузов. Физика. – 1990. – №2. – С.89-106.
- 115 Природа субструктурного упрочнения / Н.А. Конева, Э.В. Козлов // Известия высших учебных заведений. Физика ежемесячный научный журнал. – Томск : Изд-во Томского университета. – 1982. – №8. – С.3-14.
- 116 Рахадиллов Б.К., Степанова О.А., Сагдолдина Ж.Б., Сатбаева З.А. Патент на полезную модель «Способ закалки стальных изделий», №4891 от 28.04.2020г.
- 117 Рахадиллов Б.К., Сагдолдина Ж.Б., Сатбаева З.А. Патент на полезную модель «Установка для плазменного поверхностного упрочнения деталей из стали и чугуна», №5354 от 04.09.2020г.
- 118 Rakhadilov B.K., Satbayeva Z., Bayatanova L.B., Kilyshkanov M.K., Kalibayev K.A., Kochneva A.K. Influence of Electrolyte-Plasma Surface Hardening on the Structure and Properties of Steel 40HN // Journal of Physics: Conference Series.

– 2019. – V. 1393.

119 Rakhadilov B., Satbayeva Z., Baizhan D. Effect of electrolytic-plasma surface strengthening on the structure and properties of steel 40KhN // *Metal*. – 2019. – P. 950-955.

120 Mazhyn S., Bauyrzhan R., Erlan B., Michael S. Change of structure and mechanical properties of R6M5 steel surface layer at electrolytic-plasma nitriding // *Advanced Materials Research*. – 2014. - 1040. – P. 753-758.

121 Skakov M., Rakhadilov B., Sheffler M. Influence of electrolyte plasma treatment on structure, phase composition and microhardness of steel P6M5 // *Key Engineering Materials*. – 2013. - 531-532. – P. 627-631.

122 Skakov M., Batyrbekov E., Rakhadilov B., Scheffler M. Structural-phase transformations in R6M5 steel while electrolytic-plasma processing // *Advanced Materials Research*. – 2014. – 904. – P. 217-221.

123 Погребняк А.Д., Кульментьева О.П., Кобзев А.П., Тюрин Ю.Н., Головенко С.И., Бойко А.Г. Процессы массопереноса и легирования при электролитно-плазменной обработке чугуна // *Письма в ЖТФ*. – Сумы, Украина. – 2003. – Т. 29. – Выпуск 8. – С. 2-6.

124 Дураджи В.Н. Химико-термическая обработка металлов с нагревом в электролитной плазме // *Actual Conference Технологии обработки поверхности*: М. 6(69). – 2010. – С. 59-61.

125 Плазменное поверхностное упрочнение / Л.К. Лещинский, С.С. Самоутин, И.И. Пирч, В.И. Комар. – Киев: Техника, 1990. – 109 с.

126 Нисс В.С., Алексеев В.Г., Паршутто А.Э., Королев А.Ю., Фомихина И.В. Исследование влияния электролитно-плазменной обработки на структуру и свойства поверхностного слоя металлических материалов // «Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка» Ч. 2. Материалы междунар. симпозиума, ГНПО ПМ НАН Беларуси, Минск, 22-25 марта 2011 г. – С. 70-73.

127 Handbook of Hard Coatings. Deposition Technologies, Properties and Applications / Rointan F. Bunshah, Christian Weissmantel. – University of California, Los Angeles, USA: Elsevier Science. – 2001. – 550 p.

128 Способ поверхностной закалки стальных изделий: Патент на изобретение РК; МПК С21D 1/09/; Рахадиллов Б.К., Скаков М.К., Сагдолдина Ж.Б., Кенесбеков А.Б. Оpubл. 04.06.2018, Бюл. № 20.

129 Журерова Л.Г. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности конструкционной стали 30ХГСА : дис. ... доктора философии : 06.11.2015 / Журерова Лайла Гылыммедденовна. – 2015. – 157 с.

130 Григорьев А.И. О переносе энергии и формировании электрического тока в окрестности опущенного в электролит, сильно нагретого протекающим током электрода // *Журнал технической физики*. – 2004. – Т.74., Вып.5. – С. 38-43.

131 Скаков М.К., Журерова Л.Г., Ерыгина Л.А. Моделирование формирования парогазовой оболочки в процессах катодного нагрева конструкционных сталей // *Вестник ВКГТУ им. Д. Серикбаева* //

Вычислительные технологии. – 2013. – Ч.3. – С. 169-175.

132 Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов : в 2-х т. / И.В. Суминов, П.Н. Белкин, А.В. Эпельфельд [и др] ; под общ. ред. И.В. Суминова; «МАТИ» - Российский гос. технологический ун-т им. К.Э. Циолковского. – М: Техносфера, 2011. – Т.1. – 464 с.

133 Yerokhin A.L., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowe S.J. Plasma electrolysis for surface engineering // Surface and Coatings Technology. – 1999. – Vol. 122. – P. 73–93.

134 Белкин П.Н. Анодная электрохимико-термическая модификация металлов и сплавов // Электронная обработка материалов. – 2010. Т.46(6). – С. 29-41.

135 Григорьев А.И. О переносе энергии и формировании электрического тока в окрестности опущенного в электролит, сильно нагретого протекающим током электрода // Журнал технической физики. – 2004. – Т.74(5). – С. 38-43.

136 Jost W. Diffusion in Solids // Liquids, Gases. – 1952. Т.1 652 p.

137 Li J.C.M., Chang P. Self-diffusion coefficient and viscosity in liquids // The Journal of Chemical Physics. – 1955. – 23(3). – P. 518-520.

138 Нагрев металлов в электролитной плазме / В.Н. Дураджи, А.С. Парсаданян ; Под общ. ред. А.С. Парсаданяна; Кишин. политехн. ин-т им. С. Лазо. : – Кишнев : Штиинца, 1988. - 216 с.

139 Tyurin Y.N., Pogrebnyak A.D. Electric Heating Using a Liquid Electrode // Surface and Coatings Technology. – 2001. 142–144(2). – P. 293–299.

140 Rakhadilov B., Buranich V., Satbayeva Z., Sagdoldina Zh., Kozhanova R., Pogrebnyak A. The cathodic plasma electrolysis hardening of the chromium-nickel steel // Journal of Materials Research and Technology. – 2020. – V. 9(4). – P. 6969-6976.

141 Satbayeva Z.A., Rakhadilov B.K., Sagdoldina Zh.B., Kylyshkanov M.K., Bayzhan D.R. Change in the structure and properties of structural chromium-nickel steels after electrolyte-plasma hardening // News of national academy of science of the republic of Kazakhstan. Series of geology and technical sciences. – 2021. – 4(448). – P. 76-82;

142 Rakhadilov B.K., Satbayeva Z.A., Kozhanova R.S, Baizhan D.R., Rakhadilov M.K., Botabayeva G.B. Influence of electrolytic-plasma hardening modes on structure and hardness of 0.34Cr-1Ni-Mo-Fe steel // Eurasian Journal of Physics and Functional Materials. – 2020. – 4(4). – P. 327-335.

143 Сатбаева З.А., Байжан Д.Р., Кенесбеков А.Б. Особенности структурообразования в стали 40ХН при электролитно-плазменном поверхностном упрочнении // 11-ый Международный симпозиум "Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка. – 2019. – С. 76-86.

144 Материаловедение. Термическая обработка : лабораторный практикум по курсу «Материаловедение» для студентов технологических и химических специальности / Н.А. Свидунович, Д.В. Куис, Г.П. Окатова. – Минск : БГТУ. – 2014. 67 с.

- 145 Гуревич Ю.Г. Теория термической обработки стали : учебное пособие / Ю.Г. Гуревич. – Курган : Изд-во Курганского гос. университета. – 2009. – 96 с.
- 146 Термическая обработка углеродистых сталей: учебное пособие / А.Э. Козловский, М.Ю. Колобов; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иванова. – 2017. – 144 с.
- 147 Материаловедение: учебное пособие по лабораторным работам / О. Моисеев, Л. Шевырев, П. Иванов. – М.; Берлин : Директ-Медиа. – 2017. - 245 с.
- 148 Материаловедение : учебное пособие / Л.А. Мальцева, М.А. Гервасьев.- 3-е изд. перераб. и дополн. – Екатеринбург : УрФУ. – 2012. – 344 с.
- 149 Sobachkin A., Sitnikov A., Myasnikov A. Effect of Mechanical Activation and Gamma-Irradiation on Structural-Phase State of Ti-Al-C Powder Reagents // Defect and Diffusion Forum, – 2021, – Vol. 410, – P.674-679,
- 150 Sitnikov A. & Yakovlev V. & Popova A. Surfacing of Ti-Al System Mechanocomposites by Magnetron Deposition // Defect and Diffusion Forum. – 2021, – Vol.410, – P.353-358.
- 151 G.M. Poletaev, A.A. Sitnikov, V.Y. Filimonov. Melting temperature of Ti and TiAl nanoparticles in vacuum and in Al matrix depending on their diameter: molecular dynamics study // Lett. Mater., – 2021, – Vol.11(2), – P.204-208.
- 152 Блантер М.Е. Теория термической обработки : Учеб. для вузов по спец. «Металловедение, оборуд. и технология терм. обраб. металлов / М.Е. Блантер. – М.: Металлургия, 1984. – 328 с.
- 153 Матюшенко Н.Н. Кристаллические структуры двойных соединений : Справочник. / Н.Н Матюшенко. – М.: Металлургия, 1969. – 304 с.
- 154 Гольдшмидт Х.Дж. Сплавы внедрения / Перевод с англ. С.Н. Горина, Б.А. Клыпина; Под ред. д-ра техн. наук Н.Т. Чеботарева. – М.: Мир, 1971. – Т. 1 – 424с.
- 155 Азотирование стали / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган. - М.: Машиностроение, 1976. – 256 с.
- 156 Айпик Р., Сельжук Б., Карамиш М.Б. Исследование трения и износа цементованных, нитроцементованных и борированных сталей AISI 1020 и 5115 // МиТОМ. – 2001. – №7. – С.29-34.
- 157 Превращения в железе и стали / Г.В. Курдюмов, Л.М. Утевский, Р.И. Энтин ; АН СССР, Отд-ние общей физики и астрономии. – М.: Наука, 1977. – 236 с.
- 158 Термомеханическая обработка стали / М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский, Л.М. Капуткина. – М.: Металлургия, 1983. – 480 с.
- 159 Хомутов О.И., Плеханов Г.В., Терентьев С.Д., Хомутов С.О. Исследование электролитно-плазменного процесса // Ползуновский альманах 1-2. – 2001. – С.10-19.
- 160 Белкин П.Н., Пасинковский Е.А. Термическая и химико-термическая обработка сталей при нагреве в растворах электролитов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1989. – N 5. – С.12-17.

- 161 Аистов И.П. Оценка динамических нагрузок, действующих в зубчатом зацеплении шестеренного насоса авиационного назначения // Известия вузов. Машиностроение. – 2005. – № 2. – С. 23-27.
- 162 Сергеичев А.В., Липин А.С. Повышение износостойкости зубчатых колес редукторов прядильных машин // XXI век: итоги прошлого и проблемы настоящего плюс. – 2013. - С. 196-199.
- 163 Pitsch W. Der Orientierungszusammenhang zwischen Zementit und Ferrit im Perlit // Acta Met. – 1962. – V.10, №1. – P. 79-81.
- 164 Сухомлин Г.Д. Электроннодифракционное исследование ориентационных соотношений феррит-цементит в перлите // ФММ. – 1974. – Т.38, №4. – С.878-880.
- 165 Рахадиллов Б.К., Миниязов А.Ж., Рахадиллов М.К., Кожанова Р.С и др. Экспериментальные исследования энергетических характеристик электролитно-плазменного разряда // Вестник ВКГТУ. – 2015. – №1. – С. 62-68.
- 166 Рахадиллов Б.К., Мякиин А.А., Журерова Л.Г., Кызырхан Е., Разработка способа электролитно плазменной поверхностной закалки деталей железнодорожного транспорта // Региональный вестник востока. – 2015. – №3(67). – С.60-66.
- 167 Rakhadilov B.K., Zhurerova L., Pavlov A. Method of Electrolyte-Plasma Surface Hardening of 65G and 20GL Low-Alloy Steels Samples // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.– 2016.–V. 142. – P. 1-7.
- 168 Rakhadilov B.K., Sagdoldina Zh., Tazhybaeva G. High-Speed Steel Surface Modification by Electron-Beam Processing // Materials Science Forum.– 2017.– V. 906.– P. 38-43.
- 169 Нагрев металлов в электролитной плазме / В.Н. Дураджи, А.С. Парсаданян ; Под общ. ред. А.С. Парсаданяна ; Кашин. политехн. ин-т им. С. Лазо. – Кишинев : Штиинца, 1988. - 216 с.
- 170 Tyurin Y.N., Pogrebnyak A.D. Electric Heating Using a Liquid Electrode // Surface and Coatings Technology. – 2001. V. 142–144. – P. 293–299.
- 171 Коротков В.А. Поверхностная плазменная закалка / В.А. Коротков; М-во образования и науки РФ; ФГАОУ ВПО «УрФУ им. первого Президента России Б.Н.Ельцина», Нижнетагил. технол. ин-т (фил.). – Нижний Тагил : НТИ (филиал) УрФУ, 2012. – 64 с.
- 172 Иванов, П. П.Эффективный способ поверхностного упрочнения ж/д колес / П. П. Иванов [и др.] // Сталь. – 2000. – № 1. – С.63-66.
- 173 Кротков, В. А. 10 лет применению ручной плазменной закалки / В. А. Коротков // Тяжелое машиностроение. – 2012. – № 1. – С. 2–5.
- 174 Лужнов Ю.М., Калачёв Ю.Н., Александров В.Д., Морщилов М.В. Анализ видов изнашивания рабочих поверхностей деталей: учебно-методическое пособие / Ю.М. Лужнов [и др.]. – М.: МАДИ. – 2018. – 48 с.
- 175 Брыков М. Н. Исследование изнашивания сталей при низких скоростях скольжения по абразиву//Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2014. – №2. – С.19-22.

176 Коррозионностойкие стали и сплавы: учебное пособие / В.В. Березовская, А.В. Березовский. – Екатеринбург: Изд-во Урал. Ун-та, 2019. – 244 с.

177 Коррозия и защита металлов. В 2 ч. Ч.1. Методы исследований коррозионных процессов : учебно-методическое пособие / Н.Г. Россина, Н.А. Попов, М.А. Жилиякова, А.В. Корелин. Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2019. – 108 с.

178 Современные методы обработки зубчатых колёс: учебное пособие для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки «Конструкторско-технологическое обеспечение машиностроительных производств» / А.С. Калашников, Ю.А. Моргунов, П.А. Калашников ; под ред. А.С. Калашникова. – М. : Издательский дом «Спектр», 2012. – 238 с.

179 Popova N., Erygina L., Nikonenko E., Kalashnikov M., Skakov M. Structure and Phase Transformations in 0.34C-1Cr-1Ni-1Mo-Fe Steel after Electrolytic-Plasma Treatment // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1909. – P 020179.

180 Рахадиллов Б.К., Кылышканов М.К., Сагдолдина Ж.Б. Электролитно-плазменное азотирование быстрорежущих сталей // Усть-Каменогорск: Изд. «Берел» ВКГУ имени С. Аманжолова. – 2017. – 202 с.

181 Устиновщиков Ю.И. Выделение второй фазы в твердых растворах / Ю.И. Устиновщиков ; Отв. ред. О.А. Банных ; АН СССР, Урал. отд-ние, Физ.-техн. ин-т. – М.: Наука, 1988. – 172 с.

182 Основы трибологии (трение, износ, смазка) : Учеб. для техн. вузов / Э.Д. Браун, Н.А. Буше, И.А. Буяновский [и др] ; под ред. А.В. Чичинадзе: 2-е издание. – М.: Центр “Наука и техника”, 2001. – 778 с.

183 Термомеханическая обработка стали / М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский, Л.М. Капуткина ; под ред. М.Л. Бернштейна. – М.: Металлургия, 1983. – 480 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Патенты на полезную модель Республики Казахстан

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

**ПАТЕНТ
PATENT**

№ 4891

ПАЙДАЛЫ МОДЕЛЬГЕ / НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ / FOR UTILITY MODEL



(21) 2020/0166.2

(22) 18.09.2018

Қазақстан Республикасы Пайдалы модельдер мемлекеттік тізілімінде тіркеу күні / Дата регистрации в Государственном реестре полезных моделей Республики Казахстан / Date of the registration in the State Register of Utility Models of the Republic of Kazakhstan: 28.04.2020

(54) Болат бұйымдарды шыңдау тәсілі
Способ закалки стальных изделий
Method for hardening steel products

(73) Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігінің "Сәрсен Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан мемлекеттік университеті" шаруашылық жүргізу құқығындағы республикалық мемлекеттік кәсіпорны (KZ)
Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения "Восточно-Казахстанский государственный университет имени Сарсена Аманжолова" Министерства образования и науки Республики Казахстан (KZ)
"S. Amanzholov East Kazakhstan State University" Republican State Enterprise on the Right of Economic Management of the Ministry of Education and Science of the Republic of Kazakhstan (KZ)

(72) Рахадиллов Бауыржан Корабаевич (KZ) Rakhadilov Bauyrzhan Korabayevich (KZ)
Степанова Ольга Александровна (KZ) Stepanova Olga Aleksandrovna (KZ)
Сағдолдина Жұлдыз Болатқызы (KZ) Sagdoldina Zhuldyz Bolatkyzy (KZ)
Сатбаева Зарина Аскарбековна (KZ) Satbayeva Zarina Askarbekovna (KZ)



ЭЦҚ қол қойылды
Подписано ЭЦП
Signed by EDS

Е. Қуантыров
Е. Қуантыров
Y. Kuantyrov

«Ұлттық зияткерлік меншік институты» РМҚ директоры
Директор РГП «Национальный институт интеллектуальной собственности»
Director of the «National Institute of Intellectual Property» RSE

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

ПАТЕНТ
PATENT

№ 5354

ПАЙДАЛЫ МОДЕЛЬГЕ / НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ / FOR UTILITY MODEL



(21) 2020/0445.2

(22) 12.05.2020

(45) 04.09.2020

- (54) Болаттан және шойыннан жасалған бөлшектерді плазмалық беттік нығайтуға арналған қондырғы
Установка для плазменного поверхностного упрочнения деталей из стали и чугуна
Plasma surface hardening machine for steel and cast iron parts
- (73) «PlasmaScience» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі (KZ)
Товарищество с ограниченной ответственностью «PlasmaScience» (KZ)
«PlasmaScience» Limited Liability Partnership (KZ)
- (72) Рахадиллов Бауыржан Корабаевич (KZ) Rakhadilov Bauyrzhan Korabayevich (KZ)
Сағдолдина Жұлдыз Болатқызы (KZ) Sagdoldina Zhuldyz Bolatkyzy (KZ)
Сатбаева Зарина Аскарбековна (KZ) Satbayeva Zarina Askarbekovna (KZ)



ЭЦҚ қол қойылды
Подписано ЭЦП
Signed with EDS

Н. Әбілқайыров
Н. Абулкаиров
N. Abulkairov

«Ұлттық зияткерлік меншік институты» РМҚ директорының м.а.
И.о. директора РГП «Национальный институт интеллектуальной собственности»
Executive director of RSE «National institute of intellectual property»