

Восточно-Казахстанский государственный технический
университет им Д. Серикбаева

УДК 539.216: 521.039.6

На правах рукописи

КУРБАНБЕКОВ ШЕРЗОД РУСТАМБЕКОВИЧ

**Модификация структуры и механических свойств поверхностных
слоев стали 12Х18Н10Т при электролитно-плазменной обработке**

6D072300 – Техническая физика

Диссертация на соискание ученой степени
доктора философии (PhD)

Научные консультанты:
доктор физико-математических
наук, профессор Скаков М.К.
доктор физико-математических
наук Батырбеков Э.Г.
dr.rer.nat., prof. M. Scheffler

Республика Казахстан
Усть-Каменогорск, 2014

СОДЕРЖАНИЕ

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	4
ВВЕДЕНИЕ	5
1 СОВРЕМЕННЫЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ О ПОВЕРХНОСТНОМ УПРОЧНЕНИИ СТАЛИ	12
1.1 Общие закономерности химико-термической обработки.....	12
1.2 Особенности диффузионного насыщения при плазменном нагреве..	14
1.2.1 Электролитно-плазменная цементация	17
1.2.2 Электролитно-плазменная нитроцементация	23
1.2.3 Особенности электролитно-плазменного азотирования.....	27
1.3 Постановка задач.....	32
2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	33
2.1 Материал исследования.....	33
2.2 Экспериментальное оборудование	33
2.3 Методы исследования образцов стали 12Х18Н10Т с помощью оптического и растрового электронного микроскопов.....	34
2.4 Рентгеноструктурный анализ образцов стали 12Х18Н10Т	34
2.5 Методы исследования образцов стали 12Х18Н10Т с помощью просвечивающей дифракционной электронной микроскопии.....	35
2.5.1 Определение скалярной плотности дислокаций.....	36
2.6 Измерение микротвердости	37
2.7 Измерение износостойкости	38
2.8 Измерение характеристик дорожки трения	38
2.9 Измерение величины шероховатости	38
2.10 Оценка коррозионного поведения образцов стали	39
2.11 Определение элементного состава модифицированной поверхности...	39
3 ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ СТАЛИ 12Х18Н10Т	40
3.1 Изменения микротвердости модифицированных слоев стали в результате электролитно-плазменной обработки.....	41
3.1.1 Зависимость толщины и микротвердости модифицированных слоев стали от режимов электролитно-плазменной цементации	41
3.1.2 Влияние электролитно-плазменной нитроцементации на толщину и микротвердость модифицированных слоев стали	44
3.1.3 Зависимость толщины и микротвердости модифицированных слоев стали от режимов электролитно-плазменного азотирования.....	48
3.2 Изменение поверхностной износостойкости стали в результате электролитно-плазменной обработки	51
3.3 Исследование шероховатости поверхности стали до и после электролитно-плазменной обработки.....	61
3.4 Повышение коррозионной стойкости стали после электролитно-	

	плазменной обработки.....	65
3.5	Выводы по разделу.....	70
4	ИЗМЕНЕНИЯ ФАЗОВО-СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТИ СТАЛИ 12X18N10T ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	72
4.1	Элементный состав модифицированных слоев стали при оптимальном режиме электролитно-плазменной обработки.....	72
4.2	Образование карбидов, нитридов в модифицированных слоях стали при электролитно-плазменной обработке	76
4.2.1	Изменение структурно-фазового состояния стали в результате электролитно-плазменной цементации	77
4.2.2	Изменение структурно-фазового состояния стали при электролитно-плазменной нитроцементации	80
4.2.3	Изменение структурно-фазового состояния стали при электролитно-плазменном азотировании.....	83
4.3	Изменение микроструктуры поверхностных слоев стали в результате электролитно-плазменной обработки с последующей закалкой	87
4.4	Выводы по разделу.....	105
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ	106
	СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	108

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ХТО – химико-термическая обработка
АХТО – анодная химико-термическая обработка
ЭПО – электролитно-плазменная обработка
ЯОР – ядерное обратное рассеяние
 y – толщина диффузионного слоя
 K – константа скорости
 Q – эффективная энергия активации
 R – газовая постоянная
 τ – время насыщения
ДЭ – диффундирующий элемент
HRC – твердость по Роквеллу
HV – твердость по Виккерсу
 α – твердый раствор внедрения азота в α -железо
 γ – твердый раствор внедрения азота в γ -железо
 γ' – твердый раствор азота на базе нитрида Fe_4N
 ε – твердый раствор азота на базе нитрида $Fe_{2-3}N$
 θ – угол дифракции
 λ – длина волны излучения
 a – параметр кристаллической решетки
(hkl) – индексы отражения
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия
 ρ – скалярная плотность дислокаций
 P_{Vi} – объемная доля материала
 M – увеличение микрофотографии
 t – толщина фольги
 n_1 и n_2 – число пересечений дислокациями горизонтальных линий
 l_1 и l_2 – число пересечений дислокациями вертикальных линий
 H – число микротвердости
 P – усилие (Н)
 C – диагональ отпечатка
 m_0 – первоначальная масса образца
 m_1 – масса образца после удаления продуктов коррозии
 S – поверхность образца

ВВЕДЕНИЕ

Проблема получения аустенитных коррозионностойких сталей, отличающихся хорошими прочностными характеристиками и износостойкостью, является весьма актуальной в связи с широким применением их в производстве различного рода техники и строительных отраслях. Ее решение во многом зависит от рационального внедрения легирующих элементов.

Известно, что состояние поверхности во многом определяет уровень прочности и эксплуатационные свойства деталей машин. Именно поверхность изделия испытывает повышенный износ, контактные нагрузки и в наибольшей степени разрушается вследствие коррозии. Технологии поверхностного упрочнения основаны на модифицирующем воздействии на поверхность металла энергетическими или физико-химическими методами, что радикально меняет ее структуру и свойства.

Перспективным направлением увеличения ресурса изделий из нержавеющей стали является химико-термическое упрочнение, в частности, цементация, нитроцементация и азотирование, позволяющие повысить как механические свойства (микротвердость, износостойкость), так и антикоррозионные свойства стали, путем формирования на её поверхности модифицированных слоев.

К недостаткам традиционных методов химико-термической обработки (ХТО) – цементации, нитроцементации и азотирования относится необходимость строгого поддержания в нужных пределах науглероживающей и азотирующей способности газовой среды. В обычных печах поверхностная концентрация насыщающих элементов в 1 % достигается за несколько часов.

Определёнными преимуществами обладает цементация, нитроцементация и азотирование в электролитной плазме:

- физико-химические особенности процессов, протекающих в парогазовой оболочке – нагревательном элементе системы, дают возможность осуществить диффузию элементов (углерод, азот), входящих в состав электролита, в обрабатываемую деталь;

- нагрев стальных деталей в электролитной плазме позволяет осуществить высокоскоростную термическую и ХТО, что дает возможность сократить время обработки от нескольких часов до нескольких минут;

- не требуется подготовка упрочняемой поверхности;

- легко осуществляется локальная обработка изделий.

Электролитно-плазменная обработка (ЭПО) стальных изделий в будущем может стать важнейшей областью применения ХТО для упрочнения малогабаритных изделий машиностроения из малоуглеродистой стали.

В связи с вышеизложенным с использованием современных экспериментальных методов металлографического, растрового, просвечивающего электронно-микроскопического и рентгеноструктурного

анализов, а также методов исследования физико-механических свойств нами были изучены изменения структуры, фазового состояния и свойств тонких поверхностных слоев аустенитной стали под внешним физическим воздействием ионами низкотемпературной плазмы и электрического разряда при ЭПО. В данной работе показана принципиальная возможность поверхностного легирования и модифицирования с помощью ЭПО деталей, а также определены оптимальные режимы обработки.

Актуальность темы исследования. Одной из главных задач современной стадии развития машиностроения и промышленности является создание энерго- и ресурсосберегающих технологий, а также повышение качества, надежности и долговечности рабочих частей деталей и узлов различных машин и механизмов. В частности, для некоторых типов деталей в соответствии с особенностями нагружения при эксплуатации необходимо обеспечить высокую твердость, износостойкость поверхностного слоя и достаточно хорошую вязкость и пластичность сердцевины. Это касается деталей, которые работают в жестких условиях в контакте с агрессивными средами, высокими температурами, абразивными веществами, вызывающими как существенный износ поверхности, так и интенсивную коррозию. Поверхностный слой деталей машин, как в процессе изготовления, так и эксплуатации подвергается динамическим, циклическим воздействиям, которые приводят к одно- или многократной упругопластической деформации, упрочнению или разупрочнению и к последующему разрушению. Изнашивание рабочих поверхностей деталей нередко требует их полной замены. Это повышает себестоимость производства из-за больших амортизационных отчислений.

Рост цен на металлы и сплавы, из которых изготавливаются быстроизнашивающиеся детали узлов трения, необходимость повышения их работоспособности и надежности, ухудшающаяся экологическая обстановка и другие факторы актуализировали разработку новых ресурсосберегающих и экологически чистых технологий машиностроения, способствующих повышению поверхностных характеристик контактирующих деталей машин и продлению срока их службы. Связано это с тем, что 85-90 % машин не достигают требуемого рабочего ресурса по причине износа поверхностей сопряженных деталей. Затраты на ремонт и техническое обслуживание изделий машиностроения в несколько раз превышают их стоимость. Поэтому создание машин, не требующих капитальных ремонтов за весь срок их службы, по эффективности равноценно удвоению мощности машиностроительных заводов и увеличению выпуска металла на многие миллионы тонн в год.

Целенаправленное изменение свойств поверхностных слоев детали путем использования покрытий и поверхностной механической обработки для уменьшения износа и увеличения коррозионной стойкости – хорошо известная и развитая технология. Однако это направление становится все более важным вследствие того, что требования к физико-механическим и химическим свойствам конструкционных материалов становятся все более жесткими и

точными. Как следствие, для достижения максимальной эффективности, возникает необходимость улучшения существующих систем покрытий и методов поверхностной обработки с целью удовлетворения постоянно возрастающих требований конструкторов.

В современном машиностроении большое внимание уделяется развитию технологий поверхностного упрочнения. Повышение качества поверхности металлов непосредственно влияет на технические и эксплуатационные свойства деталей, узлов и изделий в целом. При повышении качества поверхности технологи чаще всего обращают внимание на уменьшение шероховатости, повышение твердости, износостойкости, увеличение коррозионной стойкости и т.д.

Для решения этой проблемы необходим комплексный подход, включающий создание новых материалов, разработку и освоение новых технологий.

В настоящее время разработаны новые, более совершенные, энергосберегающие, экологически чистые процессы, позволяющие улучшить качество диффузионного слоя, значительно ускорить процесс насыщения.

Существует множество вариантов ХТО, которые отличаются друг от друга различными параметрами. Перспективным методом воздействия на металлы и сплавы для изменения химического состава, структуры и свойств в поверхностных слоях является ХТО. Среди методов упрочнения поверхности наиболее распространенными являются поверхностная термическая закалка и различные способы ХТО (цементация, нитроцементация, азотирование и др.).

Перспективным и надежным направлением повышения качества поверхности металлов с последующим получением упрочняющих и защитных покрытий является скоростная катодная ЭПО с последующей закалкой в водном электролите.

В данной работе предложен вариант катодного нагрева в рабочей камере с проточным электролитом, где его охлаждение осуществляется непосредственно внутри камеры. Катодное диффузионное насыщение представляет собой один из вариантов электрохимико-термической обработки металлов и сплавов, осуществляемой в водных электролитах. Поверхностное обогащение аустенитной низкоуглеродистой стали 12X18H10T углеродом и азотом в режиме электролитного нагрева, как установлено в настоящей работе, позволяет повысить её микротвердость, износостойкость и прочность с формированием стойких покрытий путем легирования и модифицирования. Таким образом, применяя оптимальный режим ЭПО, можно улучшить механические свойства поверхности стали 12X18H10T и достичь повышения надежности и долговечности работы детали, изготовленной из этой стали.

На основании вышеизложенного, изучение и обобщение данных по влиянию свойств растворов электролитов и режимов ЭПО на структурно-фазовое состояние и физико-механические свойства стали 12X18H10T является актуальным.

Целью работы является исследование структурно-фазового состояния, механических свойств и коррозионной стойкости модифицированных поверхностных слоев стали 12X18H10T после различных режимов ЭПО с последующей закалкой.

Для достижения поставленной цели в работе решали следующие **задачи**:

- 1) разработать технологию ЭПО и установить оптимальные режимы обработки стали с целью улучшения эксплуатационных свойств;
- 2) исследовать закономерности изменения структуры и фазового состава поверхности стали при обработке в электролитной плазме;
- 3) изучить морфологию образовавшихся в результате ЭПО карбидных и карбонитридных частиц и субструктуру модифицированных поверхностных слоев стали;
- 4) установить зависимость структурных изменений, поверхностной микротвердости, износостойкости и коррозионной стойкости упрочненных слоев стали от режимов ЭПО;

В результате решения поставленных задач, будет внесен значительный вклад в физические основы ХТО сталей, по крайней мере, в понимании основных закономерностей влияния электролитно-плазменного воздействия на модификацию поверхностных слоев стали.

Предмет исследования – структурно-фазовое состояние, механические свойства и коррозионная стойкость стали 12X18H10T до и после ЭПО.

Объект исследования – сталь 12X18H10T – сталь аустенитного класса, конструкционного типа.

Методы исследования. ЭПО образцов проводили на разработанной нами экспериментальной установке. Для исследования состояния и свойств образцов до и после обработки применяли следующие методы анализа: оптическую, растровую электронную и просвечивающую электронную микроскопии, рентгеноструктурный анализ, определение микротвердости и износостойкости, распределение атомов углерода и азота в модифицированных слоях определяли с помощью оптико-эмиссионного спектрометра; шероховатость определяли на профилографе методом измерения профиля поверхности.

Научная новизна.

В работе впервые исследованы и описаны фазовый состав, структура, механические свойства и коррозионная стойкость модифицированных поверхностных слоев стали 12X18H10T, обработанной в электролитной плазме при различных режимах.

Установлены оптимальные режимы электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования образцов стали 12X18H10T.

Получены новые результаты о закономерностях формирования структуры модифицированных слоев при насыщении стали азотом и углеродом, а также о фазовом составе карбидных и нитридных слоев в зависимости от режима ЭПО.

В модифицированных поверхностных слоях стали 12X18H10T выявлены карбидные и карбонитридные частицы и развитая дислокационная

субструктура, положительно влияющие на физико-механические свойства стали.

Основные положения, выносимые на защиту.

1.Технология ЭПО и оптимальные режимы электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования поверхности стали 12X18H10T;

2.Основные закономерности изменения микроструктуры, субструктуры и фазового состава поверхности стали 12X18H10T после ЭПО, прогнозирующие кинетику процессов цементации, нитроцементации, азотирования для получения модифицированного слоя с заданными техническими свойствами и одновременной фрагментацией субструктуры, образованием субзеренной структуры, в которой наблюдается сетчатая дислокационная субструктура с частицами карбидов и нитридов железа по границам субзерен;

3.Особенности изменения физико-механических свойств и коррозионной стойкости стали после электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования с последующей закалкой.

Научная и практическая ценность работы.

В данной работе было выявлено, что ЭПО поверхности стали 12X18H10T повышает ее физико-механические свойства, что является следствием изменения структурно-фазового состояния упрочненного слоя. Возникновение в нержавеющей стали 12X18H10T таких структурных составляющих как нитриды, карбиды, игольчатый мартенсит, становится возможным благодаря насыщению стали азотом и углеродом в процессе ЭПО.

В работе были разработаны инновационные патенты на изобретения: «Установка электролитно-плазменной обработки», которая предназначена для модификации и упрочнения поверхности металлических деталей различного назначения; «Способ электролитно-плазменной цементации деталей из нержавеющей стали», который заключается в нагреве детали до температуры 950-990 °С и последующей закалке в электролите, содержащем 10 % Na₂CO₃ и 10 % C₃H₈O₃.

Методика проведения исследований, выявленные закономерности образования упрочняющих карбидных и нитридных фаз и их влияние на физико-механические свойства, могут быть использованы исследователями при модификации других видов сталей.

Личный вклад автора. Личный вклад автора состоит в постановке задач исследования, анализе литературных данных и патентном поиске, участии в проведении электронно-микроскопических, металлографических, рентгеноструктурных и физико-механических исследований стали 12X18H10T, разработке технологии и установки ЭПО. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами.

Связь темы с планами научно-исследовательских программ

Основная работа по содержанию настоящей диссертации началась с участием автора в разработке инновационных грантов государственной

бюджетной темы «Инновационная технология ЭПО материала подшипникового узла бурового инструмента», финансируемой АО «Национальное агентство по технологическому развитию» по договору №475/189-209-11 в 2010-2013 гг., «Разработка и внедрение инновационной технологии электролитно-плазменного упрочнения материала бурового инструмента» по договору №6/186-209-10, финансируемым АО «Фонд науки» КН МОН РК. Для выполнения задач госбюджетных тем и договоров требовалось, разработать технологию упрочнения аустенитной стали и изучить физическую природу упрочнения поверхностных модифицированных слоев аустенитных сталей на основе данных исследования фазово-структурных и механических свойств при воздействии ЭПО с последующей закалкой.

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается: применением «прямых», хорошо апробированных экспериментальных методов исследования и сопоставлением полученных данных с ранее полученными экспериментальными результатами известных ученых СНГ и дальнего зарубежья.

Источниками исследования являются основные экспериментальные и теоретические положения современной физики процессов диффузии, структурообразования и фазовых превращений в твердых телах, физики металлов и сплавов, экспериментальные результаты оригинальных научных работ последних лет, приведенные в списке использованных источников.

Достоверность научных результатов и обоснованность выводов обеспечиваются корректностью постановки задач, использованием современных методов исследования структурно-фазового состояния и физико-механических свойств изучаемого материала, анализом литературных данных и сопоставлением последних с результатами, полученными в ходе выполнения настоящей работы.

Апробация результатов работы. Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на: XII Республиканской научно-технической конференции студентов, магистрантов и молодых ученых «Творчество молодых инновационному развитию Казахстана», ВКГТУ им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, 19-20 апреля, 2012; XXXII Ogólnopolska Konferencja Tribologiczna «Jesienna Szkoła Tribologiczna 2012» 18-21 wrzesień, Wrocław – Poland 2012; International Conference on Materials Science and nanotechnology (ICMSN2012) Guangzhou, China, November 16-18, 2012; 4th International Conference on Manufacturing Science and Engineering (ICMSE 2013) Dalian, China, March 30-31, 2013; XIII Республиканской научно-технической конференции студентов, магистрантов и молодых ученых «Творчество молодых инновационному развитию Казахстана», ВКГТУ им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, 11-12 апреля, 2013; 15-й Международной научно-практической конференции, «Технология упрочнения, нанесения покрытий ремонта: теория и практика», Санкт-Петербург 16-19 апреля, 2013; XIX Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и

молодых ученых «Современные техника и технологии» в Национальном исследовательском Томском политехническом университете, 15-19 апреля 2013; Международной конференции студентов и молодых ученых, «МИР НАУКИ», Казахский национальный университет имени аль-Фараби, г. Алматы, 17-19 апреля, 2013; Международной школе – семинаре «Инновационные технологии и исследования, направленные на развитие зеленой энергетики и глубокую переработку продукции», ВКГУ им. С. Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, 27-30 июня; Международной объединенной конференции «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии», IV конференции «Электрохимические и электролитно-плазменные методы модификации металлических поверхностей», г. Плес, Ивановская обл., Россия, 16-20 сентября 2013.

Кроме того, основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры технической физики, на объединенных научных семинарах факультета машиностроения и транспорта ВКГТУ им. Д. Серикбаева, на Научно-техническом совете ВКГТУ им. Д. Серикбаева, на 1-ом (сентябрь, 2012 г.) и 2-ом (октябрь, 2013 г.) Казахско-немецком научных семинарах докторантов PhD в Институте Материаловедения и Соединительных Технологий Университета имени Отто фон Гуерике (г. Магдебург, Германия), а также на научно-техническом совете Института Атомной Энергии НЯЦ РК (май, 2014 г.).

Публикации. Всего по теме диссертации опубликованы 18 печатных работ в соавторстве, из них: 6 работ (3 статьи, 3 инновационных патента) опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК; 1 статья опубликована в зарубежном журнале с ненулевым импакт-фактором, входящем в базу данных Thomson Reuters; 2 статьи опубликованы в зарубежных изданиях, входящих в базу Scopus; 9 тезисов и докладов в сборниках материалов международных конференций.

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, четырех разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 120 страницах, содержит 74 рисунка, 6 таблиц и список использованных источников из 181 наименования.

ABSTRACT

Theses for the degree «Doctor of Philosophy» (Ph.D) in the specialty
6D072300 - Technical Physics

KURBANBEKOV SHERZOD RUSTAMBEKOVICH

Modification of Microstructure and Mechanical Properties of Steel Surface Coating 12Cr18Ni10Ti During Electrolytic Plasma Treatment

The relevance of the research

One of the main problems of modern stages of development and engineering industry is the development of energy-saving technologies, as well as improvement of the quality, reliability and durability of the working parts of items and assemblies of various machinery and equipment. In particular, for certain types of pieces in accordance with the features of loading during operation is necessary to provide a high hardness, wear resistance surface layer and sufficiently good toughness and ductility of the core. This applies to components that operate in harsh environments in contact with stringent conditions, high temperatures, abrasive substances that cause a significant deterioration of the surface and intensive corrosion.

Surface enrichment of low carbon austenitic steel 12Cr18Ni10Ti carbon and nitrogen in the electrolyte heating mode, as determined in the present work, allows to increase its microhardness, wear resistance and strength with the formation of resistant coatings by alloying and modification. Thus, applying the optimal mode of EPT, it is possible to improve the mechanical properties of the surface of the steel 12Cr18Ni10Ti and to increase the reliability and durability of the parts made from this steel.

Based on the above, the study and generalization of data on the impact properties of electrolyte solutions and modes of electrolyte-plasma treatment (EPT) on the structural-phase state and physico-mechanical properties of steel 12Cr18Ni10Ti is relevant.

The aim of the work is to study the structural-phase state, the mechanical properties and corrosion resistance of the modified surface layers of steel 12Cr18Ni10Ti after various modes of EPT, followed by quenching.

To achieve this goal it was decided the following **tasks**:

- 1) to develop technology for EPT and to establish the optimal processing conditions began to improve performance characteristics;
- 2) to explore patterns of change in structure and phase composition of the surface of the steel during processing in an electrolytic plasma;
- 3) to study the morphology of the resulting EPT carbide and density of the particles and the substructure of the modified surface layers of steel;

4) to establish the dependence of the structural changes, the surface micro hardness, wear resistance and corrosion resistance of hardened layers of steel from the modes of EPT;

The solution of the set tasks will be made a significant contribution to the physical basis of chemical heat treatment of steels, at least in the understanding of the basic regularities of the influence of electrolyte-plasma effect on the modification of surface layers of steel.

Research object - structural-phase state, mechanical properties and corrosion resistance of steel 12Cr18Ni10Ti before and after EPT.

The object of the research - steel 12Cr18Ni10Ti steel austenitic, structural type.

Methods of research. EPT samples was carried out on the developed experimental setup. To study the status and properties of the samples before and after treatment was applied the following analysis techniques: optical, scanning electron and transmission electron microscopy, x-ray analysis, determination of microhardness and wear resistance, the distribution of atoms of carbon and nitrogen in the modified layers were determined using optical emission spectrometer; roughness was determined on the profilograph method of measuring a surface profile.

Scientific novelty.

For the first time studied and described in the phase composition, structure, mechanical properties and corrosion resistance of modified surface layers of steel 12Cr18Ni10Ti, processed in an electrolytic plasma under different conditions.

The optimal regimes of plasma electrolytic carburizing, retracements and nitriding samples of steel 12Cr18Ni10Ti.

New results have been obtained about the regularities of structure formation of the modified layer at saturation steel with nitrogen and carbon, as well as phase composition of carbide and nitride layers depending on the mode of EPT.

In the modified surface layers of the steel 12Cr18Ni10Ti identified carbide and density of the particles and developed dislocation substructure, positive impact on the physico-mechanical properties of steel.

The main provisions for the thesis defense.

1. Technology EPT and optimum modes of plasma electrolytic carburizing, retracements and nitriding the surface of the steel 12Cr18Ni10Ti;

2. Basic regularities of changes in the microstructure, the substructure and the phase composition of the surface of the steel 12Cr18Ni10Ti after EPT predicting the kinetics of the processes of cementation, retracements, nitriding to obtain the modified layer with the specified technical characteristics and simultaneous fragmentation of the substructure, the formation of subgrain structure in which there is net dislocation substructure with particles of carbides and nitrides of iron on the boundaries of subgrains;

3. Peculiarities of changes in physical-mechanical properties and corrosion resistance of steel after plasma electrolytic carburizing, retracements and nitriding followed by quenching.

Scientific and practical value.

In this work it was found that EPT the surface of the steel 12Cr18Ni10Ti improves its physical and mechanical properties, which is a consequence of changes in the structural-phase state of the hardened layer. The emergence of stainless steel 12Cr18Ni10Ti such structural components as nitrides, carbides, acicular martensite becomes possible due to the saturation of the steel with nitrogen and carbon in the process of EPT.

In the work were developed innovative patents for inventions: "Installation of electrolyte-plasma processing", which is intended for modification and surface hardening of metal parts for various purposes; "Method of plasma electrolytic carburizing of stainless steel, which consists in heating the parts to a temperature 950-990 °C and subsequent quenching in an electrolyte containing 10 % Na₂CO₃ and 10 % C₃H₈O₃.

The methodology of the studies revealed the formation of hardening carbide and nitride phases and their influence on physical-mechanical properties, can be used by researchers in the modification of other types of steels.

Publication. Just on the topic of the thesis were published in 18 publications in co-authorship, of which: 6 works (3 article, 3 innovation patent) published in the publications recommended by the Committee for control in the sphere of education and science of the Republic of Kazakhstan; 1 article published in international journal with a non-zero impact factor included in the database of Thomson Reuters; 2 articles published in foreign journals included in Scopus database; 9 abstracts and papers in proceedings of international conferences.

The structure and scope of the thesis. The work consists of an introduction, four chapters, conclusion and list of used sources. She set out on page 120, contains 74 figure, 6 tables, and bibliography list of 181 titles.

6D072300 – Техникалық физика мамандығы бойынша «философия докторы» (Ph.D) ғылыми дәрежесі үшін дайындалған диссертацияға
АНДАТПА

КУРБАНБЕКОВ ШЕРЗОД РУСТАМБЕКОВИЧ

Электролитті-плазмалық өңдеу кезіндегі 12Х18Н10Т болатының беттік қабаттарының құрылымы мен механикалық қасиеттерін модификациялау

Зерттеудің өзектілігі

Қазіргі заманғы машина жасау және өнеркәсіпті дамыту кезеңдерінің ең басты міндеттерінің бірі энергия және ресурстарды үнемдеу технологияларын жасау, сондай-ақ әртүрлі машиналар мен механизмдердің бөлшектері мен түйіндерінің сапасын көтеру, беріктігі және төзімділігін арттыру болып табылады. Соның ішінде, кейбір бөлшектердің типтеріне эксплуатация кезіндегі жүктелу ерекшеліктеріне сәйкес жоғары беріктілік, беттік қабатының тозуға төзімділігін және едәуір жақсы тұтқырлығы мен өзектің иілгіштігін қамтамасыз ету қажет. Бұл қатаң жағдайда беттің айтарлықтай тозуына, сондай-ақ интенсивті коррозияға алып келетін агрессивті құралдар, жоғары температура, абразивті заттармен жұмыс жасайтын бөлшектерге қатысты.

Аустенитті төменгі көміртекті 12Х18Н10Т болаттың электролитті қыздыру кезінде көміртегі және азотпен беттік байытылуы осы жұмыста көрсетілгендей, қосындылау және модификациялау жолымен берік жабын түзу арқылы оның микроқаттылығын, төзімділігін және беріктілігін арттыруға мүмкіндік тудырады. Осылайша, электролитті плазмалық өңдеудің (ЭПӨ) режимін қолдана отырып, 12Х18Н10Т беттік болаттың механикалық қасиеті және осы болаттан жасалған бөлшек жұмысының сенімділігі мен төзімділігін жақсартуға болады.

Жоғарыда айтылған дәйектерге сүйене отырып, 12Х18Н10Т болаттың құрылымды-фазалық күйі мен физика-механикалық қасиеттеріне электролиттер қасиеттері және электролитті-плазмалық өңдеу режимдері әсері жайлы берілгендерді зерттеу және жалпылау.

Жұмыстың мақсаты кезекті шынықтыру кезіндегі түрлі ЭПӨ режимдерінен соң 12Х18Н10Т болаттың модификациялық беттік қабаттарының құрылымды-фазалық күйін, механикалық қасиеттерін және тотығу беріктілігін зерттеу.

Алдыға қойылған мақсаттарға жету үшін жұмыста келесі **міндеттер** шешілді:

1) ЭПӨ технологиясын жасау және эксплуатациялық қасиеттерін жақсарту мақсатында болатты өңдеудің онтайлы режимін анықтау;

2) электролитті плазмада өңделуі барысында болат бетінің құрылымының өзгерісі және фазалық құрамының заңдылықтарын зерттеу;

3) ЭПӨ нәтижесінде түзілген карбидті және карбонитридті бөлшектердің және болаттың модификацияланған беттік қабаттарының қосалқы құрылымының морфологиясын зерттеу;

4) ЭПӨ режимен орныққан болат қабаттарының құрылымдық өзгерісі, беттік микроқаттылығы, тозуға төзімділігі және тотығу беріктілігіне тәуелділігін орнату;

Алдыға қойылған міндеттерді шешу нәтижесінде, болатты ХТӨ физикалық негіздеріне үлкен үлес қосылады, кем дегенде болаттың беттік қабаттарының модификациясына электролитті-плазмалық әсер етуінің негізгі заңдылықтарын түсінуге көмектеседі.

Зерттеу пәні – ЭПӨ-ден бұрынғы және кейінгі 12Х18Н10Т болатының құрылымды-фазалық күйі, механикалық қасиеттері және коррозиялық беріктілігі.

Зерттеу нысаны – 12Х18Н10Т болаты – аустенитті кластағы болат, конструкциялық типтегі болат.

Зерттеу әдістері. ЭПӨ үлгілері өзіміз жасаған эксперименттік қондырғыда жүргізілді. Өндеуге дейінгі және кейінгі үлгілердің күйі мен қасиеттерін зерттеу үшін келесі талдау әдістері қолданылды: оптикалық, растрлық (ратровый) электрондық және жарықтанған электрондық микроскопиялар, рентгенді құрылымдық талдау, микроқаттылықты және тозуға төзімділігін анықтау, модификацияланған қабаттардағы көміртегі мен азот атомдарының таралуын оптика-эмиссиялық спектрометр көмегімен, кедір-бұдырлығын профилографта бет пішінін өлшеу әдісімен анықталды.

Ғылыми жаңалығы.

Жұмыста түрлі режимде электролитті плазмада өңделген 12Х18Н10Т болаттың модификациялық беттік қабаттарының фазалық құрамы, құрылымы, механикалық қасиеттері және коррозиялық беріктілігі алғаш рет зерттеліп, түсіндірілген.

12Х18Н10Т болат үлгілерінің электролитті-плазмалық цементация, нитроцементация және азоттаудың оңтайлы режимдері белгіленген.

Болатты азот және көміртегімен қандыру кезінде модификациялық қабаттар құрылымының түзілу заңдылықтары, сонымен бірге ЭПӨ режиміне тәуелді карбидті және нитридті қабаттардың құрамы жайлы жаңа нәтижелер алынды..

12Х18Н10Т болаттың модификациялық беттік қабаттарында карбидті мен карбонитридті бөлшектер және болаттың физика-механикалық қасиеттеріне оң әсер ететін дамыған дислокациялық қосалқы құрылымдары бар екендігі анықталған.

Қорғауға ұсынылатын негізгі ғылыми тұжырымдар.

1. ЭПӨ технологиясы және 12Х18Н10Т болат беттерінің электролитті-плазмалық цементация, нитроцементация және азоттаудың оңтайлы режимдері;

2. берілген техникалық қасиетке және бір мезгілде қосалқы құрылымды фрагментке ие модификациялық қабатты алу үшін цементация, нитроцементация және азоттау процестерінің кинетикасын болжай алатын, қосалқы түйіндес шекарада темірдің карбид және нитрид бөлшектері бар торлы дислокациялық қосалқы құрылымы байқалатын қосалқы түйіндес құрылымы, ЭПӨ-ден кейінгі 12X18H10T болат беті микроқұрылымының өзгерісі, қосалқы құрылымы және фазалық құрамының негізгі заңдылықтары;

3. Кезекті шынықтырылған электролитті-плазмалық цементация, нитроцементация және азоттаудан кейінгі болаттың физика-механикалық қасиеттері мен коррозиялық беріктілігі өзгерісінің ерекшеліктері.

Жұмыстың ғылыми және тәжірибелік маңыздылығы.

Берілген жұмыста 12X18H10T болат бетін ЭПӨ оның физика-механикалық қасиеттерін күшейтеді, ол өз кезегінде орныққан қабаттың құрылымды-фазалық күйінің өзгерісін сипаттайды. 12X18H10T тот баспайтын болатта нитридтер, карбидтер, шанышпалы мартенситтердің пайда болуы, болатты ЭПӨ процесінде азот және көміртегімен қанықтыруы нәтижесінде мүмкін болып отыр.

Жұмыс барысында жасап шығаруға инновациялық патенттер даярланды: «Электролитті-плазмалық өңдеу қондырғысы» түрлі мақсаттағы металл бөлшектер бетін модификациялау және орнықтыру үшін арналған; бөлшекті 950-990 °С температураға дейін қыздырып және әрмен қарай 10% Na₂CO₃ және 10 % C₃H₈O₃ тұратын бөлшекті электролитте суытумен сипатталатын «Тот баспайтын болаттан жасалған бұйымдарды электролиттік плазмалық цементациялау тәсілі».

Орныққан карбидті және нитридті фазалардың түзілуі және олардың физика-механикалық қасиеттеріне әсер ету заңдылықтарын көрсететін зерттеу әдістемесін болаттың басқа түрлерін модификациялауда қолдануға болады.

Жарияланымдар. Барлығы серіктес авторлықта 18 жарияланым диссертация тақырыбы бойынша жүзеге асырылды, олардың ішінде: 6 работ (3 мақала, 3 инновациялық патенттер) Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігінің Білім және ғылым саласындағы бақылау комитеті ұсынған басылымда жарияланды; 1 мақала импакт-факторы нөлдік емес Thomson Reuters дерекқорына кіретін шетел басылымында жарияланды; 2 мақала Scopus дерекқорына кіретін шетел басылымдарында жарияланды; 9 тезис және баяндамалар халықаралық конференциялардың материалдар жинақтарында жарық көрді.

Диссертация құрылымы мен көлемі. Жұмыс кіріспе бөлімнен, төрт тараудан, қорытынды және қолдаылған әдебиеттер тізімінен тұрады. Ол 120 бетте баяндалған, 74 сурет, 6 кесте және 181 атауы бар қолданылған әдебиеттер тізімінен тұрады.

АННОТАЦИЯ

Диссертации на соискание ученой степени «доктора философии» (Ph.D)
по специальности 6D072300 – Техническая физика

КУРБАНБЕКОВ ШЕРЗОД РУСТАМБЕКОВИЧ

Модификация структуры и механических свойств поверхностных слоев стали 12X18H10T при электролитно-плазменной обработке

Актуальность исследования

Одной из главных задач современной стадий развития машиностроения и промышленности является создание энерго и ресурсосберегающих технологий, а также повышение качества, надежности и долговечности рабочих частей деталей и узлов различных машин и механизмов. В частности, для некоторых типов деталей в соответствии с особенностями нагружения при эксплуатации необходимо обеспечить высокую твердость, износостойкость поверхностного слоя и достаточно хорошую вязкость и пластичность сердцевины. Это касается деталей, которые работают в жестких условиях в контакте с агрессивными средами, высокими температурами, абразивными веществами, вызывающими как существенный износ поверхности, так и интенсивную коррозию.

Поверхностное обогащение аустенитной низкоуглеродистой стали 12X18H10T углеродом и азотом в режиме электролитного нагрева, как установлено в настоящей работе, позволяет повысить её микротвердость, износостойкость и прочность с формированием стойких покрытий путем легирования и модифицирования. Таким образом, применяя оптимальный режим ЭПО, можно улучшить механические свойства поверхности стали 12X18H10T и достичь повышения надежности и долговечности работы детали, изготовленной из этой стали.

На основании вышеизложенного, изучение и обобщение данных по влиянию свойств растворов электролитов и режимов электролитно-плазменной обработки (ЭПО) на структурно-фазовое состояние и физико-механические свойства стали 12X18H10T является актуальным.

Целью работы является исследование структурно-фазового состояния, механических свойств и коррозионной стойкости модифицированных поверхностных слоев стали 12X18H10T после различных режимов ЭПО с последующей закалкой.

Для достижения поставленной цели в работе решали следующие **задачи:**

- 1) разработать технологию ЭПО и установить оптимальные режимы обработки стали с целью улучшения эксплуатационных свойств;
- 2) исследовать закономерности изменения структуры и фазового состава поверхности стали при обработке в электролитной плазме;

3) изучить морфологию образовавшихся в результате ЭПО карбидных и карбонитридных частиц и субструктуру модифицированных поверхностных слоев стали;

4) установить зависимость структурных изменений, поверхностной микротвердости, износостойкости и коррозионной стойкости упрочненных слоев стали от режимов ЭПО;

В результате решения поставленных задач, будет внесен значительный вклад в физические основы ХТО сталей, по крайней мере, в понимании основных закономерностей влияния электролитно-плазменного воздействия на модификацию поверхностных слоев стали.

Предмет исследования – структурно-фазовое состояние, механические свойства и коррозионная стойкость стали 12X18H10T до и после ЭПО.

Объект исследования – сталь 12X18H10T – сталь аустенитного класса, конструкционного типа.

Методы исследования. ЭПО образцов проводили на разработанной нами экспериментальной установке. Для исследования состояния и свойств образцов до и после обработки применяли следующие методы анализа: оптическую, растровую электронную и просвечивающую электронную микроскопии, рентгеноструктурный анализ, определение микротвердости и износостойкости, распределение атомов углерода и азота в модифицированных слоях определяли с помощью оптико-эмиссионного спектрометра; шероховатость определяли на профилографе методом измерения профиля поверхности.

Научная новизна.

В работе впервые исследованы и описаны фазовый состав, структура, механические свойства и коррозионная стойкость модифицированных поверхностных слоев стали 12X18H10T, обработанной в электролитной плазме при различных режимах.

Установлены оптимальные режимы электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования образцов стали 12X18H10T.

Получены новые результаты о закономерностях формирования структуры модифицированных слоев при насыщении стали азотом и углеродом, а также о фазовом составе карбидных и нитридных слоев в зависимости от режима ЭПО.

В модифицированных поверхностных слоях стали 12X18H10T выявлены карбидные и карбонитридные частицы и развитая дислокационная субструктура, положительно влияющие на физико-механические свойства стали.

Основные положения, выносимые на защиту.

1.Технология ЭПО и оптимальные режимы электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования поверхности стали 12X18H10T;

2.Основные закономерности изменения микроструктуры, субструктуры и фазового состава поверхности стали 12X18H10T после ЭПО, прогнозирующие кинетику процессов цементации, нитроцементации,

азотирования для получения модифицированного слоя с заданными техническими свойствами и одновременной фрагментацией субструктуры, образованием субзеренной структуры, в которой наблюдается сетчатая дислокационная субструктура с частицами карбидов и нитридов железа по границам субзерен;

3. Особенности изменения физико-механических свойств и коррозионной стойкости стали после электролитно-плазменной цементации, нитроцементации и азотирования с последующей закалкой.

Научная и практическая ценность работы.

В данной работе было выявлено, что ЭПО поверхности стали 12X18H10T повышает ее физико-механические свойства, что является следствием изменения структурно-фазового состояния упрочненного слоя. Возникновение в нержавеющей стали 12X18H10T таких структурных составляющих как нитриды, карбиды, игольчатый мартенсит, становится возможным благодаря насыщению стали азотом и углеродом в процессе ЭПО.

В работе были разработаны инновационные патенты на изобретения: «Установка электролитно-плазменной обработки», которая предназначена для модификации и упрочнения поверхности металлических деталей различного назначения; «Способ электролитно-плазменной цементации деталей из нержавеющей стали», который заключается в нагреве детали до температуры 950-990 °С и последующей закалке в электролите, содержащем 10 % Na_2CO_3 и 10 % $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$.

Методика проведения исследований, выявленные закономерности образования упрочняющих карбидных и нитридных фаз и их влияние на физико-механические свойства, могут быть использованы исследователями при модификации других видов сталей.

Публикации. Всего по теме диссертации опубликованы 18 печатных работ в соавторстве, из них: 6 работ (3 статьи, 3 инновационных патента) опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК; 1 статья опубликована в зарубежном журнале с ненулевым импакт-фактором, входящем в базу данных Thomson Reuters; 2 статьи опубликованы в зарубежных изданиях, входящих в базу данных Scopus; 9 тезисов и докладов в сборниках материалов международных конференций.

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, четырех разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 120 страницах, содержит 74 рисунка, 6 таблиц и список использованных источников из 181 наименования.