

Восточно-Казахстанский государственный технический  
университет им. Д.Серикбаева

УДК 621.785.532:538.911:620.178.1

На правах рукописи

**РАХАДИЛОВ БАУЫРЖАН КОРАБАЕВИЧ**

**Электролитно-плазменное азотирование поверхностных слоев  
быстрорежущих сталей**

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., professor M. Scheffler

Республика Казахстан  
Усть-Каменогорск, 2014

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ</b> .....	4
<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	5
<b>1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА МОДИФИКАЦИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ АЗОТИРОВАНИЕМ</b> .....	12
1.1 Модифицирование поверхностных слоев быстрорежущих сталей методами химико-термической обработки .....	12
1.2 Особенности образования диффузионного слоя при азотировании быстрорежущих сталей .....	17
1.3 Анализ существующих способов азотирования быстрорежущих сталей .....	23
1.4 Электролитно-плазменное азотирование как перспективное направление процесса азотирования.....	26
1.5 Формирование структуры и свойств поверхности сталей при азотировании электролитно-плазменным методом.....	31
1.6 Постановка задач.....	37
<b>2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ</b> .....	38
2.1 Материалы исследования.....	38
2.2 Установка электролитно-плазменного азотирования.....	40
2.3 Методы исследования азотированного слоя .....	43
2.3.1 Металлографический анализ .....	43
2.3.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ.....	43
2.3.3 Электронно-микроскопические методы исследования .....	44
2.3.4 Метод оптико-эмиссионной спектрометрии.....	45
2.3.5 Атомно-силовая микроскопия и методика измерения шероховатости... ..	45
2.4 Методика проведения физико-механических испытаний.....	46
2.4.1 Методика определения микротвердости и красностойкости .....	46
2.4.2 Методики трибологических испытаний.....	48
2.4.3 Методика испытания на абразивный износ.....	49
<b>3 РАЗРАБОТКА СПОСОБА ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ</b> .....	50
3.1 Экспериментальные исследования энергетических характеристик катодного процесса электролитно-плазменной обработки.....	50
3.2 Разработка режима катодного электролитно-плазменного нагрева.....	57
3.3 Выбор состава электролита для азотирования быстрорежущих сталей.....	61
3.4 Выбор оптимальных режимов электролитно-плазменного азотирования быстрорежущей стали .....	64

3.5	Выводы по третьей главе.....	68
<b>4</b>	<b>ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ В РЕЗУЛЬТАТЕ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ.....</b>	<b>70</b>
4.1	Структурно-фазовые состояния быстрорежущих сталей в исходном состоянии .....	70
4.2	Исследование влияния электролитно-плазменного азотирования на микроструктуру быстрорежущих сталей.....	77
4.3	Фазовые превращения в поверхностных слоях быстрорежущих сталей при электролитно-плазменном азотировании .....	83
4.4	Исследования тонкой структуры и вторых фаз быстрорежущей стали после электролитно-плазменного азотирования.....	87
4.5	Модель взаимодействия низкотемпературной плазмы с поверхностью быстрорежущей стали при электролитно-плазменном азотировании...	92
4.6	Выводы по четвертой главе.....	102
<b>5</b>	<b>ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ.....</b>	<b>103</b>
5.1	Влияние режимов электролитно-плазменного азотирования на трибологические характеристики, микротвердость и красностойкость быстрорежущих сталей .....	103
5.2	Высокотемпературные испытания азотированных образцов быстрорежущей стали на износостойкость .....	112
5.3	Стойкость быстрорежущих сталей к абразивному изнашиванию до и после электролитно-плазменного азотирования .....	116
5.4	Особенности фрактографической характеристики поверхности трения азотированных образцов быстрорежущей стали.....	119
5.5	Механизмы, обеспечивающие высокую износостойкость азотированного слоя быстрорежущих сталей.....	121
5.6	Технологический процесс упрочнения режущих инструментов из быстрорежущих сталей электролитно-плазменным азотированием.....	124
5.7	Выводы по пятой главе.....	127
	<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>129</b>
	<b>СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....</b>	<b>132</b>

## ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ВКГТУ	-	Восточно-Казахстанский государственный технический университет
НИИ	-	Научно-исследовательский институт
ТМЦКП	-	Томский материаловедческий центр коллективного пользования
ТГУ	-	Томский государственный университет
ХТО	-	Химико-термическая обработка
ЭПО	-	Электролитно-плазменная обработка
ЭПА	-	Электролитно-плазменное азотирование
ВАХ	-	Вольт-амперная характеристика
ОЦК	-	Объемно-центрированная кубическая решетка
ГЦК	-	Гранецентрированная кубическая решетка
ГПУ	-	Гексагональная плотноупакованная решетка
ПЭМ	-	Просвечивающая электронная микроскопия
РЭМ	-	Растровая электронная микроскопия
АСМ	-	Атомно-силовая микроскопия
$\theta_{hkl}$	-	Угол дифракции
$a$	-	Параметр кристаллической решетки
$(hkl)$	-	Индексы отражения
$K_i$	-	Относительная износостойкость
$J$	-	Интенсивность изнашивания
$H_v$	-	Микротвердость по Виккерсу

## ВВЕДЕНИЕ

**Общая характеристика работы.** Диссертационная работа посвящена экспериментальным исследованиям изменений структурно-фазовых состояний и трибологических свойств поверхностных слоев быстрорежущих сталей Р6М5, Р9 и Р18 при электролитно-плазменном азотировании, а также разработке ресурсосберегающего способа электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей. В работе применены передовые апробированные экспериментальные методы исследования, а также теоретические методы анализа результатов.

**Актуальность темы.** Развитие технологии машиностроения в значительной степени зависит от технического уровня инструментального производства. Так, одной из важнейших проблем современного машиностроения является обеспечение максимальной износостойкости металлообрабатывающего инструмента при различных условиях нагружения в процессе обработки деталей резанием. Долговечность инструмента зависит не только от свойств материала, определяемых технологией изготовления и объемного упрочнения, но и в значительной степени от свойств поверхности. Ее роль в обеспечении эксплуатационных свойств изделий постоянно возрастает, что способствовало, наряду с широким использованием традиционных методов химико-термической обработки, появлению и развитию нового направления — инженерии поверхности методами энергетического и физико-химического воздействия. Реализация этой концепции при выборе материала позволит улучшить эксплуатационные свойства инструмента, и в ряде случаев снизить расход дорогостоящих материалов. Так, в последнее время за счет применения защитных покрытий и поверхностного упрочнения, все больше применяются и производятся быстрорежущие стали, что позволило сократить расходы на дорогостоящие твердые сплавы. При этом, важную роль при применении защитных покрытий и поверхностного упрочнения имеет использование ресурсосберегающих технологий, способствующих сокращению затрат ресурсов и энергии, повышению производительности труда.

Наиболее перспективным методом поверхностного упрочнения является метод химико-термической обработки в электролитной плазме, который позволяет интенсифицировать процесс насыщения. Сокращение длительности процесса насыщения является одним из важных направлений дальнейшего развития этого процесса.

Как известно, наиболее распространенным процессом химико-термической обработки, позволяющим повысить стойкость инструмента из быстрорежущих сталей является азотирование. В настоящее время разработано большое количество технологических процессов азотирования, основанных на жидком азотировании в цианистых ваннах, газовом азотировании и ионно-плазменном азотировании. Однако, несмотря на массу достоинств этих процессов, они имеют существенные недостатки – большая длительность процесса, дороговизна и экологическая вредность. Поскольку при азотировании потребляется большое количество энергии и технологических материалов, а

также во многих случаях в качестве насыщающей среды используется аммиак, вредный для окружающей среды. Поэтому целесообразно применить электролитно-плазменный метод для азотирования инструментов из быстрорежущих сталей, позволяющий интенсифицировать процесс поверхностного насыщения, уменьшить время обработки, снизить энергозатраты, улучшить экологические показатели процесса и сократить расход насыщающей среды.

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 поверхностной обработки, в частности, поверхностной химико-термической обработки различных изделий. Вместе с тем, исследования в этом направлении ограничиваются поверхностной цементацией, нитроцементацией, борированием, сульфидированием и азотированием низкоуглеродистых и низколегированных конструкционных сталей, углеродистых инструментальных сталей и нержавеющей сталей. Литературный анализ показал, что отсутствуют сведения о химико-термической обработке быстрорежущих сталей в электролитной плазме. Это, возможно, связано с трудоемкостью осуществления электролитно-плазменной обработки при сравнительно низких температурах, что не позволяет применить этот метод в качестве финишной обработки, что является важным условием для некоторых легированных сталей, в частности, для быстрорежущих сталей. Кроме того, весьма мало сведений о структурно-фазовых состояниях и трибологических характеристиках сталей, азотированных в электролитной плазме, а также о физических процессах, определяющих формирование состава, структуры и свойств азотированного слоя, при электролитно-плазменном азотировании. Причем экспериментальные данные недостаточно систематизированы в литературе и, часто, весьма противоречивы. Также следует отметить недостаточный уровень развития металловедческого подхода к трибологическим свойствам азотированных сталей, структурных критериев, ответственных за трибологические характеристики азотированных сталей, что тормозит возможность обоснованного выбора технологии обработки и реализации в полной мере существующих скрытых резервов этого эффективного метода химико-термической обработки.

Таким образом, тематика диссертационной работы, направленная на совершенствование процесса электролитно-плазменного азотирования с целью применения его для повышения износостойкости быстрорежущих сталей и изучению структурно-фазовых состояний, ответственных за трибологические характеристики азотированных быстрорежущих сталей, представляется актуальной. Поскольку применение данного метода на практике позволит сократить на порядок время азотирования, а изучение структурно-фазовых превращений в поверхностных слоях быстрорежущих сталей при электролитно-плазменном азотировании дает новые, более глубокие представления о процессе формирования износостойких модифицированных поверхностных слоев при электролитно-плазменном азотировании.

**Целью работы** является разработка ресурсосберегающего способа электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей и исследование влияния электролитно-плазменного азотирования на структурно-фазовые состояния и трибологические свойства поверхностных слоев быстрорежущих сталей.

Для достижения поставленной в работе цели необходимо решить следующие **задачи**:

- изучить особенности образования низкотемпературной плазмы и формирования модифицированных слоев в быстрорежущих сталях при электролитно-плазменном азотировании в электролите на основе карбамида;

- разработать способ катодного электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей в электролите на основе карбамида, который обеспечит повышение трибологических характеристик поверхностного слоя быстрорежущих сталей;

- экспериментально установить зависимости между параметрами азотирования и структурно-фазовым состоянием азотированного слоя быстрорежущих сталей;

- исследовать влияние электролитно-плазменного азотирования на микротвердость, красностойкость и износостойкость поверхности быстрорежущих сталей P6M5, P9 и P18;

- установить закономерности, связывающие особенности строения и фазового состава азотированного слоя с трибологическими свойствами азотированных быстрорежущих сталей;

- разработать технологический процесс упрочнения режущего инструмента из быстрорежущих сталей электролитно-плазменным азотированием в электролите на основе карбамида.

На наш взгляд, в результате решения поставленных задач, удастся сделать важный вклад в области плазменно-электролитического модифицирования сталей и сплавов, по крайней мере, в совершенствовании процесса плазменно-электролитического азотирования и в понимании основных закономерностей формирования поверхностного модифицированного слоя легированных сталей при электролитно-плазменном азотировании.

**Объект исследования** – технология электролитно-плазменного азотирования и инструментальные быстрорежущие стали P6M5, P9 и P18, подвергнутые стандартной для этих сталей термообработке.

**Предмет исследования** – особенности процесса азотирования электролитно-плазменным воздействием, структурно-фазовые состояния и трибологические свойства азотированных поверхностных слоев быстрорежущих сталей.

**Методы исследования.** Для изучения структурно-фазовых состояний азотированного слоя применялись следующие классические методы экспериментального исследования: металлографический анализ, электронная растровая и просвечивающая микроскопия, рентгеноструктурный анализ. Трибологические и механические характеристики азотированного слоя определялись путем измерения микротвердости и красностойкости, испытания

на износостойкость по схемам «шар-диск», «штифт-диск», и методом скретч тестирования, а также испытаниями на абразивное изнашивание.

#### **Научная новизна работы:**

- впервые получены систематизированные экспериментальные данные о влиянии электролитно-плазменного азотирования на структуру, фазовый состав и трибологические свойства поверхностного слоя быстрорежущих видов стали;

- для повышения износостойкости быстрорежущих сталей разработан новый способ азотирования, включающий в себя насыщение поверхности азотом электролитно-плазменным воздействием в электролите из водного раствора, содержащий 20% карбамида и 10% карбоната натрия, в катодном режиме двухступенчатым электролитно-плазменным нагревом: нагрев до температуры насыщения аномальным дуговым разрядом при напряжениях 300-320 В с последующим переходом на режим пленочного кипения резким снижением напряжения до 180-200 В.

- установлено, что после электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей при температуре 550°C формируется модифицированный поверхностный слой, состоящий из азотированной  $\alpha'$ -фазы с фрагментированной субструктурой, избыточных частиц  $\gamma'$ -фазы и мелкодисперсного нитрида хрома, который является износостойким и твердым.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Ресурсосберегающий способ катодного электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей, который заключается в интенсивном насыщении поверхности азотом в электролите на основе карбамида воздействием низкотемпературной плазмы. При этом низкотемпературная плазма интенсифицирует процесс диффузионного насыщения. Получение низкотемпературной плазмы при напряжениях 180-200 В, обеспечивает снижение энергоемкости процесса. Применение электролита на основе карбамида делает процесс модифицирования экологически безопасным. В целом, разработанный способ позволяет получить модифицированный поверхностный слой с высокими трибологическими характеристиками.

2. Установленные закономерности изменения структурно-фазовых состояний модифицированного поверхностного слоя быстрорежущей стали в зависимости от температуры азотирования. После электролитно-плазменного азотирования при температуре 450°C образуется модифицированный слой, состоящий из  $\alpha'$ -фазы ( $Fe_{\alpha(N)}$ ) и карбидов, при повышении температуры азотирования от 450°C до 500°C в модифицированном слое образуются частицы  $\gamma'$ -фазы ( $Fe_4N$ ), а при температуре азотирования 550°C образуются мелкодисперсные частицы нитрида хрома (CrN).

3. Установленные основные механизмы, обеспечивающие высокую износостойкость поверхностного слоя быстрорежущих сталей, азотированных электролитно-плазменным методом.

#### **Научная и практическая значимость работы.**

Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований дают новые, более глубокие представления о процессе



формирования модифицированного поверхностного слоя в легированных сталях при электролитно-плазменном азотировании, его структуре, составе и свойствах. Кроме того, закономерности формирования модифицированных слоев в быстрорежущих сталях при электролитно-плазменном азотировании, выявленные в настоящей работе, могут быть использованы исследователями при выборе режимов электролитно-плазменной обработки легированных сталей, а также при анализе структурных превращений быстрорежущих сталей.

Данная работа имеет важное практическое значение, так как разработанный способ электролитно-плазменного азотирования позволяет получить модифицированный поверхностный слой на быстрорежущих сталях с высокими физико-механическими свойствами. Внедрение разработанного способа, увеличивающего долговечность (ресурс) инструмента, в машиностроительное производство дает технико-экономический и экологический эффект за счет применения простого оборудования, не дорогого и экологически чистого электролита на основе карбамида, сокращения длительности процесса насыщения, повышения производительности процесса и уменьшения экологической нагрузки на окружающую среду.

Наряду с этим, новый разработанный способ азотирования быстрорежущих сталей защищен инновационными патентами на изобретения «Способ плазменно-дугового упрочнения режущего инструмента» (изобретение №26919 опуб. 15.05.2013), «Способ электролитно-плазменного упрочнения пилообразного режущего инструмента» (изобретение №27496 опуб. 15.10.2013), «Способ азотирования изделий из легированных сталей» (изобретение №28222 опуб.17.03.2014). Эти данные могут быть полезны практикам-материаловедам при выборе видов и режимов упрочняющих обработок инструмента из быстрорежущих сталей.

#### **Связь работы с научно-исследовательскими проектами.**

Работа выполнена в соответствии со следующими бюджетными программами:

1) Инновационный грант «Разработка и внедрение инновационной технологии электролитно-плазменного упрочнения материала бурового инструмента» по договору №6 (186-209-10) от 10 декабря 2010 года, финансируемый АО «Фонд Науки» на 2010-2012 гг.;

2) 101 «Грантовое финансирование научных исследований» по приоритету «Фундаментальные исследования в области естественных наук» по теме: «Разработка научных основ формирования модифицированных поверхностных слоев инструментальных сталей при высокоэнергетическом воздействии» на 2012-2014 гг.;

3) 101 «Грантовое финансирование научных исследований» по приоритету «Технология получения новых материалов» по теме: «Разработка технологии получения упрочненного режущего инструмента» на 2013-2015 гг.;

В ходе выполнения работ по заданиям указанных проектов выяснилось, что для объяснения физической природы упрочнения поверхностных слоев сталей, необходимо изучить фазово-структурные превращения, в том числе образование упрочняющих частиц вторых фаз. Анализ известной нам

литературы и патентный поиск показали, что практически отсутствуют работы по исследованию структурно-фазовых превращений в быстрорежущих сталях при электролитно-плазменной обработке.

**Личный вклад автора.** Личный вклад автора состоит в постановке задач исследования, анализе литературных данных, в разработке способа электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей, в проведении электронно-микроскопических, металлографических и рентгеноструктурных исследований быстрорежущих сталей, в проведении работ по определению микротвердости, красностойкости и износостойкости быстрорежущих сталей до и после азотирования, а также статистической обработке результатов. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами.

**Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается:** оригинальностью и четкостью постановки задач и выбором и использованием хорошо апробированных экспериментальных методов исследования, объемом и статистикой экспериментальных данных и их сопоставлением с полученными ранее экспериментальными результатами известных ученых СНГ и дальнего зарубежья.

**Апробация результатов работы.** Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на: III Международной научно-практической конференции с элементами научной школы для молодых ученых «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», Юргинский технологический институт (филиал) НИ ТПУ, г. Томск, Россия, 24-25 мая, 2012 г.; IFOST2012 «The 7<sup>th</sup> International forum on strategic technology 2012» National Research Tomsk Polytechnic university, September 17-21, 2012; 32th All-Polish Tribology conference Autumnal school of Tribology 2012, Wroclaw University of Technology Institute of Machine Design and Operation, Wroclaw, Poland, 18-21 September, 2012; XV Международной научно-практической конференции «Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта: теория и практика», Санкт-Петербург, Россия, 16-19 апреля, 2013 г.; Международной конференции студентов и молодых ученых «Мир науки», КазНУ, г. Алматы, 17-19 апреля, 2013 г.; IV Международной научно-практической конференции с элементами научной школы для молодых ученых «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», Юргинский технологический институт, г. Юрга, Россия, 23-25 мая, 2013 г.; II Международной научной конференции «Высокие технологии – залог устойчивого развития», Казахский национальный технический университет имени К.И. Сатпаева, г. Алматы, 23-25 мая, 2013; X Международной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов», Казахский национальный университет имени Аль-Фараби, г. Алматы, 5-7 июня, 2013 г.; 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, 2013 г.; 40th Leeds-Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum, Lyon, France, 4 -6 September, 2013; 5<sup>th</sup> World Tribology Congress, Torino, Italy, 9-13

September, 2013; IV Международной конференции «Электрохимические и электролитно-плазменные методы модификации металлических поверхностей», г. Плес, Россия, 16-20 сентября, 2013 г.; IX Международной научной конференции «Ядерная и радиационная физика», ИЯФ НЯЦ РК, г Алматы, 24-27 сентября, 2013 г.

Кроме того, основные результаты докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры технической физики, объединенных научных семинарах факультета машиностроения и транспорта ВКГТУ им. Д.Серикбаева, на Научно-техническом совете ВКГТУ им. Д.Серикбаева, на 1-ом и 2-ом Казахско-Немецком научном семинаре докторантов PhD в Институте Материаловедения и Соединительных Технологий Университета имени Отто-фон-Гуерике (г. Магдебург, Германия), сентябрь 2012 г. и октябрь 2013 г.

**Публикации.** Основные научные результаты диссертации опубликованы в 21 публикации, в том числе в 4-х научных изданиях, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК, в 3-х зарубежных научных изданиях, входящих в базу данных Scopus, 10-ти в материалах Международных конференций, в том числе 6-ти в материалах зарубежных конференций. А также по результатам диссертации получены 3 инновационных патента на изобретения и 1 патент на полезную модель.

**Структура и объем диссертации.** Работа состоит из введения, пяти разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 144 страницах, содержит 72 рисунок, 14 таблиц и список использованных источников из 202 наименования.

## ANNOTATION

dissertation for the degree of Philosophy Doctor (PhD)  
6D072300- Technical Physics

RAKHADILOV BAUYRZHAN KORABAYEVICH

### **Electrolytic-plasma nitriding of the high-speed steels surface layers**

**Work actuality.** As you know, one of the most important problems of modern engineering is to provide maximum resistance to wear metal-working tools. Durability of the tool depends largely from the surface's properties. Recently, due to the application of protective coatings and surface hardening, high-speed steels is more used and manufactured, thereby reducing the costs of expensive hard alloys. To increase the tool life of high-speed steels processes of chemical and thermal processing are widely used, in particular nitriding. Nitriding in plasma electrolyte is the most promising resource-saving method, which allows to intensifying the saturation process. In this regard, the improvement of traditional methods and the development of the new ways of electrolyte-plasma nitriding to improve the wear-resistance of high speed steels and the structural and phase states responsible for the tribological characteristics of nitrided layers, it is actual problem.

**The object of study** is the electrolyte-plasma nitriding technology and R6M5, R9 and R18 instrumental high-speed steels, after subjecting to the standard thermal processing for these steels.

**The aim of the work** is to develop a resource-saving method for electrolyte-plasma nitriding of high-speed steels and to study the effect of electrolyte-plasma nitriding on the structural and phase states and the tribological properties of the surface layers of high-speed steels.

To achieve the aim in the dissertation following **objectives** were solved:

- Explore the features of the formation of low-temperature plasma and the formation of modified layers in high-speed steels during electrolytic-plasma nitriding in the carbamide-based electrolyte;
- Develop a method for the cathode electrolytic-plasma nitriding of high-speed steels in the carbamide-based electrolyte, which will improve the tribological properties of the surface of steel;
- Determine experimentally the relationship between the parameters of the nitriding and structural-phase state of the nitrided layer of high-speed steels;
- Investigate the effect of electrolyte-plasma nitriding on the microhardness, red hardness and wear-resistance of the surface of R6M5, R9 and R18 high-speed steels;
- Establish correlations between the features of the structure and phase composition of the nitrided layer with the tribological properties of nitrided high-speed steel;
- Develop a hardening process of cutting tools made from high-speed steels by electrolyte-plasma nitriding in the carbamide-based electrolyte.

**Research methods.** In this work, to study the structural and phase states of the nitrided layer following the classical methods of experimental research were applied: metallographic analysis, scanning and transmission electron microscopy, X-Ray analysis. Tribological and mechanical properties of the nitrided layer were by measuring the microhardness and red hardness, wear-resistance determined by “ball-on-disk” and “pin-on-disk” tests, and by the scratch test, and tests for abrasion.

**Scientific novelty of the work:** firstly systematic experimental data's of electrolytic-plasma nitriding effect on the structure, phase composition and tribological properties of the surface layer of high-speed steels are obtained. To improve durability, a new high-speed steel nitriding method is developing, it's including surface saturation with nitrogen by electrolyte-plasma influence in the electrolyte from an aqueous solution containing 20% carbamide and 10% sodium carbonate in the two-stage electrolyte-plasma heating at a cathode mode. It is found that after electrolyte-plasma nitriding of the high-speed steels at 550°C, a modified surface layer is formed consisting of a nitrided  $\alpha'$ -phase with fragmented substructure, excess  $\gamma'$ -phase particles and fine chromium nitride, which is durable and firm.

**The main provisions for the defense:**

1. Resource-saving method of the electrolytic-plasma nitriding of high-speed steels at the cathode mode, which is surface intensive saturation to nitrogen by carbamide-based electrolyte influence in the low temperature plasma. Thus the process of diffusion saturation intensifies by low-temperature plasma. Preparation of low-temperature plasma at voltages of 180-200 V, provides a reduction in energy intensity of the process. The use of carbamide-based electrolyte makes modification environmentally safe. In general, the developed method allows obtaining a modified surface layer with high tribological characteristics.

2. The regularities changes in structural and phase states of the modified surface layer of high-speed steel, depending on the nitriding temperature. The modified layer is formed after electrolyte-plasma nitriding at 450°C, composed of  $\alpha'$ -phase ( $\text{Fe}_{\alpha(\text{N})}$ ) and carbides,  $\gamma'$ -phase ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) particles is formed in the modified layer during nitriding temperature increasing from 450°C to 500°C, and fine particles of chromium nitride ( $\text{CrN}$ ) is formed at 550°C nitriding temperature.

3. Installed basic mechanisms to ensure high wear-resistance of the surface layer of high-speed steels, nitrided by electrolytic-plasma method.

**Scientific and practical significance of the research.** The obtained results of theoretical and experimental studies provide new, deeper understanding of the modified surface layer formation process in alloy steels during electrolytic-plasma nitriding, its structure, composition and properties. In addition, the laws governing the formation of modified layers in high-speed steels during electrolyte-plasma nitriding identified in this work can be used by researchers in selecting modes of electrolytic-plasma processing of alloy steels, as well as the analysis of the structural transformations of high-speed steels.

This work is of practical importance, because the developed method for electrolytic-plasma nitriding provides a modified surface layer on the high-speed steels with high physical and mechanical properties. Implementation of the developed method, increasing the tools durability (resource), in mechanical engineering

provides techno-economic and ecological effect through the use of simple equipment, not expensive and environmentally sound electrolyte based on urea, reducing the duration of saturation process, improve the productivity and reduce the environmental load environment.

**Publications.** Main scientific results of the dissertation were published in 21 publications, including 4 scientific journals recommended by the Committee for control in the field of education and science MES RK, in 3 international scientific journals included in the Scopus database, 10 in materials of international conferences, including 6 in the materials of foreign conferences. As well as the results of the dissertation received 3 innovative patents for inventions and one utility model patent.

**The structure and scope of the dissertation.** The work consists of an introduction, five chapters, conclusion and list of references. It is stated on 144 pages, contains from 74 drawings, 14 tables and a list of references with 202 sources.

6D072300 – Техникалық физика мамандығы бойынша философия (Ph.D)  
докторы ғылыми дәрежесін алу үшін дайындалған диссертацияға

## АҢДАТПА

### Жылдам кесетін болаттардың беттік қабаттарын электролиттік плазмалық азоттау

РАХАДИЛОВ БАУЫРЖАН КОРАБАЕВИЧ

**Жұмыстың өзектілігі.** Қазіргі замандағы машинажасау саласындағы маңызды мәселелердің бірі металл өндейтін аспаптардың максималды қажалуға төзімділігін қамтамасыз ету болып табылады. Аспаптың өміршеңдігі оның бетінің қасиеттеріне көп жағдайда тәуелді. Соңғы кездері қорғаныш жабындар мен беттік өңдеулерді қолданудың арқасында жылдам кесетін болаттар кеңінен өндірілуде және қолданылуда. Бұл бағалы қатты қорытпаларға кететін шығынды азайтуға мүмкіндік берді. Жылдам кесетін болаттардан жасалатын аспаптардың қажалуға төзімділігін арттыру үшін химико-термиялық өңдеу процестері, соның ішінде азоттау процесі кеңінен қолданылады. Болашағы зор, ресурс үнемдейтін, қанығу процесін белсенділендіретін әдістердің бірі электролиттік плазмада азоттау болып табылады. Осыған байланысты жылдам кесетін болаттардың қажалуға төзімділігін арттыру мақсатында электролиттік плазмалық азоттаудың қалптасқан әдестерін жетілдіру және жаңа әдістерін жасау және азотталған қабаттардың трибологиялық қасиеттеріне жауап беретін құрылымдық-фазалық күйлерді зерттеу өзекті болып табылады.

**Зерттеу нысаны** электролиттік плазмалық технология және стандарттық термиялық өңдеуден өткен Р6М5, Р9 және Р18 аспаптық жылдам кесетін болаттар болып табылады.

**Жұмыстың мақсаты** жылдам кесетін болаттарды электролиттік плазмалық азоттаудың ресурс үнемдейтін әдісін жасау және электролиттік плазмалық азоттаудың жылдам кесетін болаттардың беттік қабаттарының құрылымдық-фазалық күйлері мен трибологиялық қасиеттеріне әсерін зерттеу болып табылады.

Диссертацияда қойылған мақсатқа жету үшін келесі **мәселелер** алға қойылды:

- төмен температуралы плазманың түзілу ерекшеліктерін және карбамид негізіндегі электролитте электролиттік плазмалық азоттау кезінде жылдам кесетін болаттарда түрленген қабаттардың қалыптасу ерекшеліктерін зерттеу;
- жылдам кесетін болаттардың беттік қабаттарының трибологиялық сипаттамаларын жоғарылауын қамтамасыз ететін карбамид негізіндегі электролитте жылдам кесетін болаттарды катодтық электролиттік плазмалық азоттау әдісін жасау;

- эксперименталды түрде азоттау параметрлері мен жылдам кесетін болаттардың азотталған қабаттарының құрылымдық-фазалық күйлерінің арасындағы тәуелділікті орнату;

- электролиттік плазмалық азоттаудың Р6М5, Р9 және Р18 жылдам кесетін болаттардың бетінің микроқаттылығына, жылулық төзімділігіне және қажалуға төзімділігіне әсерін зерттеу;

- азотталған қабаттың құрылымының және фазалық құрамының ерекшеліктері мен азотталған жылдам кесетін болаттардың трибологиялық қасиеттерін байланыстыратын заңдылықтарды анықтау;

- карбамид негізіндегі электролитте электролиттік плазмалық азоттаумен жылдам кесетін болаттардан жасалған кесу құралдарын беріктендірудің технологиялық процесін жасау.

**Зерттеу әдісі.** Жұмыста азотталған қабаттардың құрылымдық-фазалық күйлерін зерттеу үшін эксперименталдық зерттеудің келесідей әдістері қолданылды: металлографиялық талдау, электрондық растрлық және жарық өткізгіш микроскопия, рентгендік құрылымдық талдау. Азотталған қабаттың механикалық және трибологиялық сипаттамалары микроқаттылықты және жылуға төзімділікті өлшеумен, «шар-диск», «штифт-диск» схемалары бойынша және скретч-тест әдәсі бойынша қажалуға сынаумен, сонымен қатар абразивтік қажалуға сынаумен анықталды.

**Жұмыстың ғылыми жаңалылығы:** бірінші рет электролиттік плазмалық азоттаудың жылдам кесетін болаттардың беттік қабаттарының құрылымына, фазалық құрамына және трибологиялық қасиеттеріне әсері жайында жүйеенген эксперименталдық мәліметтер алынды. Жылдам кесетін болаттардың қажалуға төзімділігін арттыру мақсатында азотаудың жаңа әдісі жасалды. Ол әдіс катодтық режимде екі деңгейлі электролиттік плазмалық қыздырумен 20% карбамидтен және и 10% натрий карбонатынан тұратын электролитте электролиттік плазмалық әсермен болат бетін азотпен қанықтырудан тұрады. Жылдам кесетін болатты 550°C температурада электролиттік плазмалық азотаудан кейін фрагменттелген субқұрылымды азотталған  $\alpha'$ -фазадан,  $\gamma'$ -фаза бөлшектерінен және ұсақ дисперсті хром нитридінен тұратын қатты және қажалуға төзімді түрленген беттік қабат түзілетіндігі анықталды.

#### **Қорғауға шығаратын негізгі жағдайлар:**

1. Карбамид негізіндегі электролитте төмен температуралы плазманың әсерімен бетті азотпен белсенді қанықтыратын жылдам кесетін болаттарды катодтық электролиттік плазмалық азоттаудың ресурс үнемдейтін әдісі. Төмен температуралы плазма диффузиялық қанықтыру процесін белсенділендіреді. Төмен температуралы плазманы 180-200 В кернеуі кезінде алу процестің энергиялық шығынын төмендетеді. Карбамид негізіндегі электролитті қолдану түрлендіру процесін экологиялық қауіпсіздендіреді. Жалпы, әзірленген әдіс трибологиялық сипаттамалары жоғары түрленген беттік қабаталуға мүмкіндік береді.

2. Анықталған жылдам кесетін болаттың түрленген беттік қабатының құрылымдық-фазалық күйлерінің азоттау температурасына тәуелді түрде өзгеру заңдылықтары. 450°C температура кезінде электролиттік плазмалық азоттаудан



кейін  $\alpha'$ -фаза ( $Fe_{\alpha(N)}$ ) мен карбидтерден тұратын түрленген қабат түзіледі, температураны  $450^{\circ}C$ -ден  $500^{\circ}C$ -ге жоғарылатқанда түрленген қабатта  $\gamma'$ -фаза ( $Fe_4N$ ) бөлшектері пайда болады, азоттау температурасы  $550^{\circ}C$  кезінде хром нитридінің ( $CrN$ ) ұсақ дисперсті бөлшектері түзіледі.

3. Анықталған электролиттік плазмалық әдіспен азотталған жылдам кесетін болаттардың беттік қабатының қажалуға төзімділігінің жоғарылығын камтамасыз ететін негізгі механизмдері.

**Зерттеудің ғылыми-практикалық маңыздылығы.** Алынған теориялық және эксперименталдық зерттеулердің нәтижелері электролиттік плазмалық азоттау кезіндегі легіріленген болаттардың түрленген беттік қабатының қалыптасу процесі және оның құрылымы, құрамы және қасиеттері жайында жаңа, біршама терең түсінік береді. Сонымен қатар, бұл жұмыста анықталған электролиттік плазмалық азоттау кезінде жылдам кесетін болаттарда түрленген қабаттардың қалыптасу заңдылықтарын зерттеушілер легіріленген болаттарды электролиттік плазмалық өңдеудің режимдерін таңдау кезінде және жылдам кесетін болаттардың құрылымдық түрленулерін талдау кезінде қолдануы мүмкін.

Бұл жұмыс үлкен практикалық маңызға ие, себебі әзірленген электролиттік плазмалық азоттау әдісі жылдам кесетін болаттарды физико-механикалық қасиеттері жоғары түрленген беттік қабат алуға мүмкіндік береді. Аспаптардың өміршеңдігін жоғарылататын әзірленген әдісті машина жасау өндірісіне ендіру қарапайым қондырғыны қолданумен, карбамид негізіндегі электролитті қолданумен, қанықтыру процесінің ұзақтығын қысқартумен, еңбек өнімділігін жоғарылатумен және қоршаған ортаға экологиялық қысымды азайтумен технико-экономикалық және экологиялық эффект береді.

**Шығарылымдар.** Диссертацияның негізгі нәтижелері бойынша 21 жұмыс шығарылды, олардың 4-і ҚР БЖҒМ білім және ғылым салсындағы бақылау Комитетімен ұсынылған баспаларды шығарылды, 3-і Scopus базасына кіретін шет елдік ғылыми баспаларда шығарылды, 10-ы Халықаралық конференциялар материалдарында, оның ішінде 6-ы шет елдік конференциялар материалдарында шығарылды. Сонымен қатар диссертация нәтижелері бойынша 3 өнертабысқа инновациялық патент және 1 пайдалы үлгіге патент алынды.

**Диссертацияның құрылымы мен көлемі.** Жұмыс кіріспеден, бес бөлімнен, қорытындыдан және қолданылған әдебиеттер тізімінен тұрады. ол 144 беттен, 72 суреттен, 14 кестеден және 202 қолданылған әдебиеттер тізімінен тұрады.

## АННОТАЦИЯ

диссертации на соискание ученой степени доктора философии (PhD)  
6D072300- Техническая физика

РАХАДИЛОВ БАУЫРЖАН КОРАБАЕВИЧ

### **Электролитно-плазменное азотирование поверхностных слоев быстрорежущих сталей**

**Актуальность работы.** Как известно, одной из важнейших проблем современного машиностроения является обеспечение максимальной износостойкости металлообрабатывающего инструмента. Долговечность инструмента зависит в значительной степени от свойств поверхности. В последнее время за счет применения защитных покрытий и поверхностного упрочнения, все больше применяются и производятся быстрорежущие стали, что позволило сократить расходы на дорогостоящие твердые сплавы. Для повышения износостойкости инструмента из быстрорежущих сталей широко применяются процессы химико-термической обработки, в частности азотирования. Наиболее перспективным, ресурсосберегающим методом является азотирование в электролитной плазме, которое позволяет интенсифицировать процесс насыщения. В связи с этим, совершенствование традиционных и разработка новых способов электролитно-плазменного азотирования, направленных на повышение износостойкости быстрорежущих сталей и изучение структурно-фазовых состояний, ответственных за трибологические характеристики азотированных слоев, представляется актуальным.

**Объектом исследования** является технология электролитно-плазменного азотирования и инструментальные быстрорежущие стали Р6М5, Р9 и Р18, подвергнутые стандартной для этих сталей термообработке.

**Целью работы** является разработка ресурсосберегающего способа электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей и исследование влияния электролитно-плазменного азотирования на структурно-фазовые состояния и трибологические свойства поверхностных слоев быстрорежущих сталей.

Для достижения поставленной в диссертации цели решались следующие **задачи**:

- изучить особенности образования низкотемпературной плазмы и формирования модифицированных слоев в быстрорежущих сталях при электролитно-плазменном азотировании в электролите на основе карбамида;
- разработать способ катодного электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей в электролите на основе карбамида, который обеспечит повышение трибологических характеристик поверхностного слоя быстрорежущих сталей;

- экспериментально установить зависимости между параметрами азотирования и структурно-фазовым состоянием азотированного слоя быстрорежущих сталей;

- исследовать влияние электролитно-плазменного азотирования на микротвердость, красностойкость и износостойкость поверхности быстрорежущих сталей Р6М5, Р9 и Р18;

- установить закономерности, связывающие особенности строения и фазового состава азотированного слоя с трибологическими свойствами азотированных быстрорежущих сталей;

- разработать технологический процесс упрочнения режущего инструмента из быстрорежущих сталей электролитно-плазменным азотированием в электролите на основе карбамида.

**Методы исследования.** В работе для изучения структурно-фазовых состояний азотированного слоя применялись следующие классические методы экспериментального исследования: металлографический анализ, электронная растровая и просвечивающая микроскопия, рентгеноструктурный анализ. Трибологические и механические характеристики азотированного слоя определялись путем измерения микротвердости и красностойкости, испытания на износостойкость по схемам «шар на диске», «штифт-диск», и методом скретч тестирования, а также испытаниями на абразивное изнашивание.

**Научная новизна работы:** впервые получены систематизированные экспериментальные данные о влиянии электролитно-плазменного азотирования на структуру, фазовый состав и трибологические свойства поверхностного слоя быстрорежущих видов стали. Для повышения износостойкости быстрорежущих сталей разработан новый способ азотирования, включающий в себя насыщение поверхности азотом электролитно-плазменным воздействием в электролите из водного раствора, содержащего 20% карбамида и 10% карбоната натрия, в катодном режиме двухступенчатым электролитно-плазменным нагревом. Установлено, что после электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей при температуре 550°C формируется модифицированный поверхностный слой, состоящий из азотированной  $\alpha'$ -фазы с фрагментированной субструктурой, избыточных частиц  $\gamma'$ -фазы и мелкодисперсного нитрида хрома, который является износостойким и твердым.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Ресурсосберегающий способ катодного электролитно-плазменного азотирования быстрорежущих сталей, который заключается в интенсивном насыщении поверхности азотом в электролите на основе карбамида воздействием низкотемпературной плазмы. При этом низкотемпературная плазма интенсифицирует процесс диффузионного насыщения. Получение низкотемпературной плазмы при напряжениях 180-200 В, обеспечивает снижение энергоемкости процесса. Применение электролита на основе карбамида делает процесс модифицирования экологически безопасным. В целом, разработанный способ позволяет получить модифицированный поверхностный слой с высокими трибологическими характеристиками.

2. Установленные закономерности изменения структурно-фазовых состояний модифицированного поверхностного слоя быстрорежущей стали в зависимости от температуры азотирования. После электролитно-плазменного азотирования при температуре 450°C образуется модифицированный слой, состоящий из  $\alpha'$ -фазы ( $\text{Fe}_{\alpha(\text{N})}$ ) и карбидов, при повышении температуры азотирования от 450°C до 500°C в модифицированном слое образуются частицы  $\gamma'$ -фазы ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ), а при температуре азотирования 550°C образуются мелкодисперсные частицы нитрида хрома ( $\text{CrN}$ ).

3. Установленные основные механизмы, обеспечивающие высокую износостойкость поверхностного слоя быстрорежущих сталей, азотированных электролитно-плазменным методом.

**Научно-практическая значимость исследования.** Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований дают новые, более глубокие представления о процессе формирования модифицированного поверхностного слоя в легированных сталях при электролитно-плазменном азотировании, его структуре, составе и свойствах. Кроме того, закономерности формирования модифицированных слоев в быстрорежущих сталях при электролитно-плазменном азотировании, выявленные в настоящей работе, могут быть использованы исследователями при выборе режимов электролитно-плазменной обработки легированных сталей, а также при анализе структурных превращений быстрорежущих сталей.

Данная работа имеет важное практическое значение, так как разработанный способ электролитно-плазменного азотирования позволяет получить модифицированный поверхностный слой на быстрорежущих сталях с высокими физико-механическими свойствами. Внедрение разработанного способа, увеличивающего долговечность (ресурс) инструмента, в машиностроительное производство дает технико-экономический и экологический эффект за счет применения простого оборудования, не дорогого и экологически чистого электролита на основе карбамида, сокращения длительности процесса насыщения, повышения производительности труда и уменьшения экологической нагрузки на окружающую среду.

**Публикации.** Основные научные результаты диссертации опубликованы в 21 публикации, в том числе в 4-х научных изданиях, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК, в 3-х зарубежных научных изданиях, входящих в базу данных Scopus, 10-ти в материалах Международных конференций, в том числе 6-ти в материалах зарубежных конференций. А также по результатам диссертации получены 3 инновационных патента на изобретения и 1 патент на полезную модель.

**Структура и объем диссертации.** Работа состоит из введения, пяти разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 144 страницах, содержит 72 рисунка, 14 таблиц и список использованных источников из 202 наименования.