

Министерство образования Республики Беларусь

УЧРЕЖДЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ  
«ПОЛОЦКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

УДК 621.793  
№ госрегистрации 20160860

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по научной работе  
к.т.н., доцент  
\_\_\_\_\_ Д.О. Глухов  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2018г.

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

«ИССЛЕДОВАТЬ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ  
КОМБИНИРОВАННОЙ ИОННОЙ ОБРАБОТКЕ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ  
МАТЕРИАЛОВ И ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ»

в рамках задания

«РАЗВИТИЕ НАУЧНЫХ ОСНОВ И РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЙ  
КОМБИНИРОВАННОЙ ИОННОЙ ОБРАБОТКИ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ  
МАТЕРИАЛОВ И ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ  
ИЗНОСО- И КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СЛОЁВ С ПОВЫШЕННЫМИ  
КОГЕЗИОННЫМИ И ПРОЧНОСТНЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ»  
(заключительный)

задание 4.1.07 / ГБ 16.16

ГПНИ «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии»  
Подпрограмма «Плазменные и пучковые технологии»

Начальник  
отдела сопровождения  
научных исследований

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Т.В. Гончарова

Руководитель НИР,  
д.т.н., профессор

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Н.Н. Попок

Новополоцк, 2018

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Научный руководитель темы,  
главный научный сотрудник,  
д-р техн. наук

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Н.Н. Попок (введение, разделы 2, 4,  
5, 6, заключение)

Исполнители темы:  
Инженер

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Л.С. Логунова (разделы 1, 3, 7 )

Нормоконтроль

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Л.В. Ищенко

## РЕФЕРАТ

Отчет: 34 с., 26 рис., 9 табл., 10 источников, — прил.

**ИОННО-ПЛАЗМЕННАЯ ОБРАБОТКА, ИНСТРУМЕНТАЛЬНАЯ СТАЛЬ, СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, ШЕРОХОВАТОСТЬ, МИКРОТВЁРДОСТЬ, ИЗНОСО- И КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ, ТЕПЛОСТОЙКОСТЬ**

Объектом исследования являются упрочненные высоколегированные инструментальные и нержавеющие стали.

Цель работы – исследование влияния комбинированной обработки на физико-механические свойства инструментальных и нержавеющих сталей.

В процессе работы проводились экспериментальные исследования.

В результате исследований изучено влияние комбинированной обработки на структуру и фазовый состав, шероховатость и микротвёрдость поверхности, износо-,коррозионно-и теплостойкость образцов и разработаны технологические рекомендации.

Основные конструктивные и технико-экономические показатели: комбинированная обработка поверхности деталей, включающая формирование механическим способом регулярного микрорельефа поверхности, нанесение газотермическим методом покрытия из инструментальной стали 95ХС толщиной до 1 мм и ионно-плазменным методом – покрытия TiN толщиной 5-10 мкм.

Степень внедрения – результаты исследования используются в научно-технологическом парке Полоцкого государственного университета при нанесении покрытий на изделия технического и медицинского назначения, внедрены в учебный процесс при проведении лабораторных работ по дисциплине «Физические основы ионно-лучевой обработки материалов».

Экономическая эффективность – сокращение затрат на материалы за счет повышения износостойкости изделий.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение .....	5
1. Изучение структуры, фазового состава и распределения модифицирующей при- меси по глубине упрочненных слоев инструментальных сталей.....	6
2. Влияние комбинированной обработки на шероховатость и микротвёрдость по- верхности образцов.....	11
3. Изучение влияния ионно-плазменной обработки на износостойкость покрытий ...	18
4. Изучение влияния ионно-плазменной обработки на коррозионную стойкость по- крытий .....	24
5. Исследование влияния комбинированной обработки на теплостойкость образцов	25
6. Оптимизация режимов и условий ионно-плазменной обработки высоколегиро- ванных инструментальных сталей.....	28
7. Разработка технологических рекомендаций по комбинированной обработке материалов.....	31
Заключение .....	32
Список использованных источников .....	34

## ВВЕДЕНИЕ

Проблема повышения стойкости деталей машин, работающих в условиях фрикционного взаимодействия, а также режущих инструментов, функционирующих при повышенных температурах и давлениях, становится все более значимой в связи с постоянным увеличением уровня действующих нагрузок, скоростей и рабочих температур, а также применением агрессивных сред [1]. Одним из наиболее перспективных способов существенного повышения физико-механических, триботехнических характеристик и антикоррозионных свойств, а также выносливости сталей и сплавов является инженерия поверхностных слоев этих материалов путем нанесения регулярного микрорельефа резанием [2,3], газотермических и ионно-плазменных покрытий из ионов металлов и газов [4-6]. В частности, регулярный микрорельеф способствует удержанию и хорошей адгезии смазок и покрытий, использование ускоренных ионов азота и титана позволяет при сравнительно кратковременной гиперзвуковой газотермической и ионно-плазменной обработке достигать в поверхностных слоях сверхвысокую концентрацию азота (~ 30 ат.%) и за счет радиационно-стимулированной диффузии транспортировать его в подповерхностные слои. Важной особенностью такого комбинированного метода является сохранение прочностных свойств подложки за счет малой глубины микрорельефа, а также пониженной температуры резания и ионно-плазменной обработки, что оказывает существенное влияние на повышение ресурса работоспособности материалов с упрочненными поверхностными слоями.

Вместе с тем, геометрические параметры и физико-механические свойства поверхности образцов после их комбинированной механической, газотермической и ионно-плазменной обработки, обеспечивающие повышение износо- и коррозионной стойкости деталей и режущих инструментов, работающих в экстремальных условиях, исследованы недостаточно.

1 Изучение структуры, фазового состава и распределения модифицирующей примеси по глубине упрочненных слоев инструментальных сталей

Исследовались газотермические покрытия из проволоочной стали 95X18 (таблица 1.1), нанесенные методом гиперзвуковой металлизации. Для получения газотермического покрытия использовалась установка АДМ-10, разработанная в ОИМ НАН Беларуси. Скорость полета напыляемых частиц составляла 400 – 500 м/с, размер частиц 5 – 40 мкм. Образцы для структурно-фазовых исследований (10×6×5 мм) вырезались из пластин (100×50×6 мм), изготовленных из стали 45 с напыленными слоями из проволоочной стали 95X18. Перед рентгеновской съемкой и измерением твердости проводилось шлифование образцов покрытия в исходном состоянии на наждачной бумаге с размером зерна 18 – 24 мкм.

Таблица 1.1 – Химический состав стали 95X18

Марка исследуемой стали	Концентрация элементов, мас. %									
	C	Cr	Ni	Ti	Mn	Si	P	S	Cu	Fe
95X18 (проволока)	0,96	18,0	0,60	0,20	0,80	0,80	0,030	0,025	0,30	основа

На покрытие из проволоочной стали 95X18 осаждался слой TiN на установке PVM-0,5FN. Причём покрытие из TiN наносилось на нешлифованные и шлифованные образцы. Проводился металлографический и рентгеноструктурный анализ покрытий. Металлографические исследования проводились на оптическом микроскопе АЛЬТАМИ МЕТ 1MT.

Рентгеновская съемка осуществлялась на дифрактометре ДРОН-2 в монохроматизированном (CoK<sub>α</sub>) излучении. Запись дифракционных линий осуществлялась в режиме сканирования. Шаг сканирования – 0,1°, время набора импульсов в точке 10 сек. Для расшифровки фазового состава использовалась картотека стандартных спектров PDF2. При обработке данных рентгеноструктурного анализа использовалась программа автоматизированного программного комплекса «DiffracPlus EVA» и «DIFWIN». Запись дифракционных линий осуществлялась в режиме сканирования (по точкам). Шаг сканирования – 0,1°, время набора импульсов в точке 15 сек. Рентгеновская съемка выполнялась в монохроматизированном CoK<sub>α</sub> излучении при ускоряющем напряжении 30 кВ и анодном токе 10 мА. Кристалл-монохроматор, в качестве которого использовался пиролитический графит, устанавливался на пути вторичного (дифрагированного) пучка лучей. Дифракционную картину регистрировали в диапазоне углов рассеяния ( $2\theta = 10-130^\circ$ ).

На рисунке 1.1 представлена характерная микроструктура напыленного покрытия из стали 95X18.

Покрытие из высокохромистой стали мартенситного класса 95X18 содержит перемежающиеся прослойки металла и оксидов, а также поры.

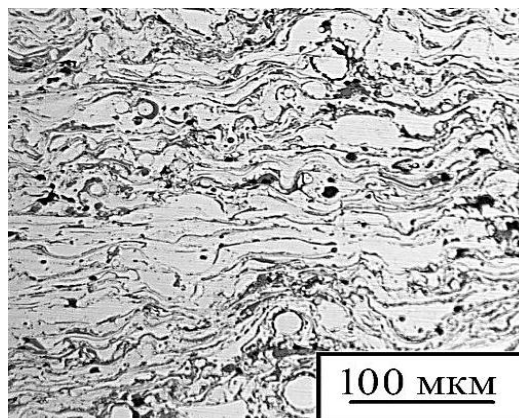


Рисунок 1.1 – Микроструктура газотермического покрытия из проволочной стали 95X18

Остаточная пористость покрытия не превышает  $\sim 3\%$ , а содержание оксидов составляет  $\sim 25\%$  об.%. В покрытии регистрируются фазы (рисунок 1.2):  $\gamma$ -Fe (ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m,  $a=0,35975$  нм, карточка PDF № 47-1417),  $\alpha$ -Fe (ОЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Im-3m,  $a=0,28664$  нм, карточка PDF № 06-0696),  $Fe_3O_4$  (ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fd-3m,  $a=0,8396$  нм, карточка PDF № 19-0629), FeO (ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m,  $a=0,4307$  нм, карточка PDF № 06-0615). Содержание метастабильного остаточного аустенита в покрытии из мартенситной стали 95X18 составляет  $V_\gamma = 63$  об. %, что существенно превышает содержание  $\gamma$ -фазы в монолитной стали 95X18.

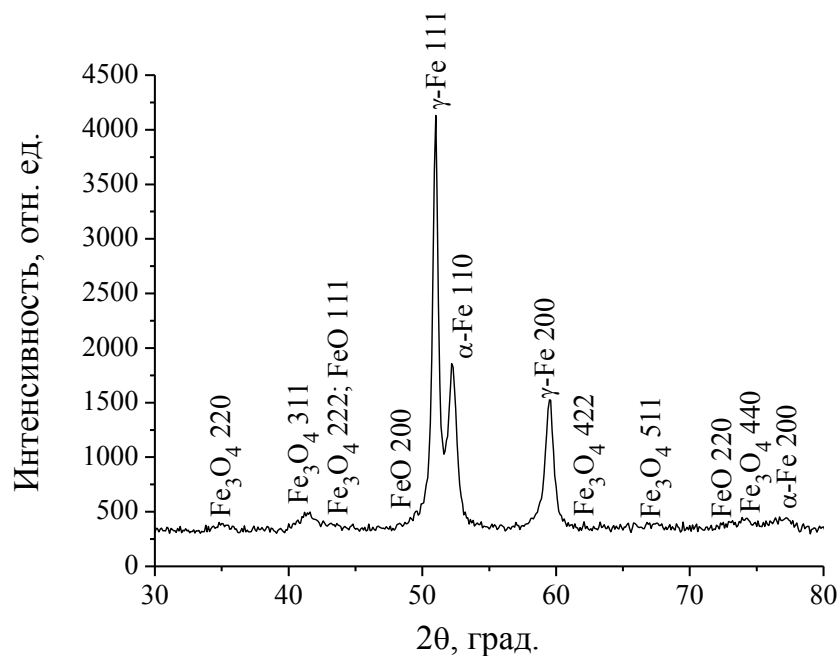


Рисунок 1.2 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK $\alpha$ ) покрытия из стали 95X18

На рисунке 1.3 представлен фрагмент рентгеновской дифрактограммы от не подвергнутого шлифованию образца покрытия из стали 95X18 с осажденным слоем TiN. На дифракционной картине регистрируются фазы: TiN (TiN – ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m, a=0,424173 нм, карточка PDF № 38-1420),  $\alpha$ -Ti (ГПУ кристаллическая решетка, пространственная группа P63/mmc, a=0,29505 нм, c=0,46826, карточка PDF № 44-1294), а также  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO. Фазы  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO регистрируются от газотермического покрытия из стали 95X18 вследствие малой толщины осажденного нитридного слоя. Необходимо отметить, что в нешлифованном покрытии несколько снижается содержание  $\gamma$ -фазы.



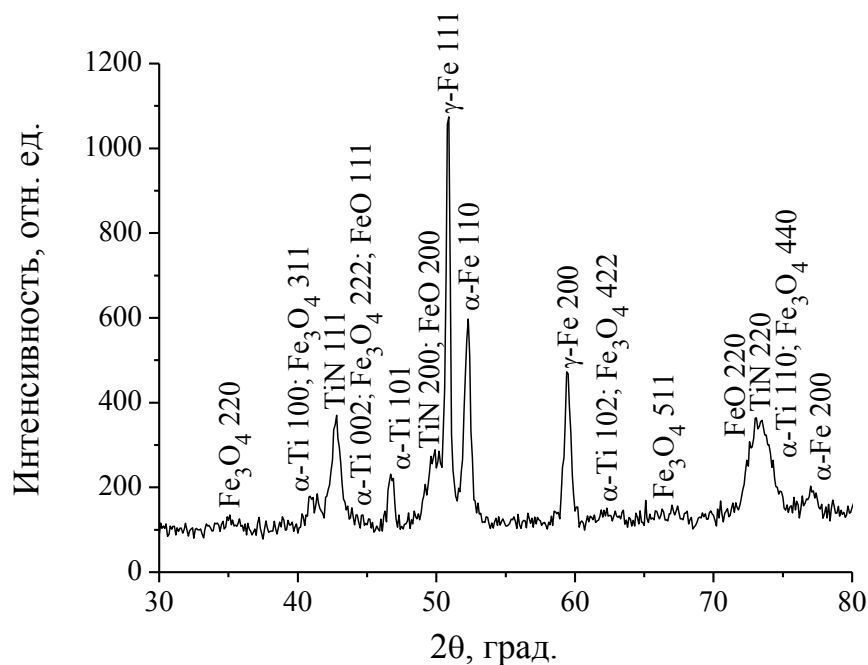


Рисунок 1.3 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoKa) нешлифованного образца из стали 95X18 с осажденным слоем TiN

Рентгеновская дифрактограмма от шлифованного образца покрытия из стали 95X18 с осажденным слоем TiN представлена на рисунке 1.4.

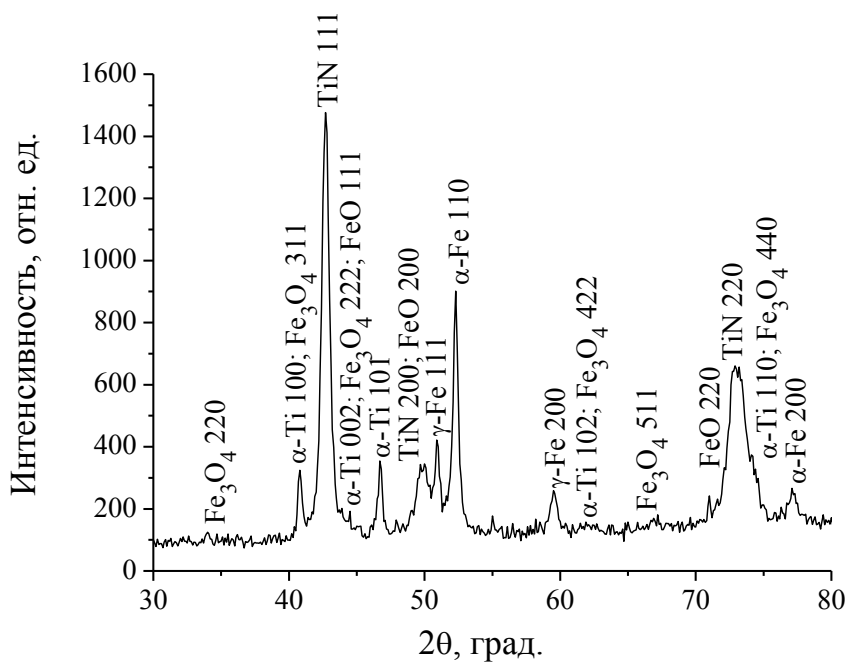


Рисунок 1.4 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoKa) шлифованного покрытия из стали 95X18 с покрытием нитрида титана

На дифракционной картине регистрируются фазы: TiN (TiN – ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m,  $a=0,424173$  нм, карточка PDF № 38-1420),  $\alpha$ -Ti (ГПУ кристаллическая решетка, пространственная группа P63/mmc,  $a=0,29505$  нм,  $c=0,46826$ , карточка PDF № 44-1294), а также  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO. Интенсивность дифракционных линий от подложки снижается, что связано с большей толщиной нитридного слоя, чем у нешлифованного образца. Необходимо отметить, что в шлифованном покрытии 95X18 существенно уменьшается содержание  $\gamma$ -фазы ( $V_\gamma = 25$  об. %), что связано с  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращением при шлифовании.

## 2 Влияние комбинированной обработки на шероховатость и микротвёрдость поверхности образцов

Методика исследований предусматривала предварительную подготовку плоской поверхности первой группы образцов из стали 40Х путем ее фрезерования и шлифования, нанесения газотермическим методом подслоя из стали Х20Н80 толщиной 0,1 мм и покрытия из инструментальной стали 95Х18 толщиной 1 мм, затем шлифования и полирования нанесенного покрытия, ионно-плазменную его обработку нитридом титана в вакуумной установке PVM-0,5FN с созданием покрытия толщиной  $5 \div 10$  мкм. Вторая группа образцов из стали 40Х со сферическими поверхностями предварительно обрабатывалась вращающимся лезвийным инструментом с созданием на поверхности регулярного микрорельефа «сетчатой» формы и высотой неровностей «сетки» Ra 0,6-1,2 мкм и между сторонами «сетки» – Ra 0,021-0,064 мкм. Затем на эти поверхности ионно-плазменным методом наносился слой из нитрида титана толщиной  $5 \div 10$  мкм. Плоские и цилиндрические поверхности третьей группы образцов из нержавеющей стали 12Х18Н10Т предварительно полировались, и затем на них наносилось покрытие из нитрида титана [6]. Внешний вид образцов первой, второй и третьей групп представлен на рисунке 2.1.



Рисунок 2.1 – Внешний вид образцов плоских поверхностей с газотермическим и ионно-плазменным покрытием (а), сферических (б) и цилиндрических (в) поверхностей с ионно-плазменным покрытием

Твердость и микротвердость образцов измерялась методом Виккерса на приборе Durascan 20 при нагрузке 10г и 50г. Шероховатость поверхности измерялась на профилограф-профиллометре модели «Talyot Hobson Precision Form Taly Surb 120» и атомно-силовом микроскопе модели NT-206.

Как было отмечено выше, перед нанесением покрытия поверхности образцов второй группы обрабатывались механическим способом – резанием токарным резцов и вра-

щающимся режущим инструментом [7]. Эти способы механической обработки обеспечивали формирование различного рельефа поверхности образца.

На рисунке 2.2 показано, что сферическая поверхность образца при обработке вращающимся режущим инструментом формируется в виде «сетки» за счёт пересечения траекторий движений детали и инструмента, а направление формирования одинаковых по высоте неровностей на поверхности определяется углом  $\eta$  наклона оси вращения детали по отношению к оси вращения инструмента и величиной частоты их вращения. Угол наклона линий с одинаковой величиной неровностей находится в пределах  $65\div 75^\circ$  при угле  $\eta = 15\div 25^\circ$ . Известно [8, 9], что снижению шероховатости обработанной поверхности способствует применение крутоспиральных фрез (борфрез) с углом наклона режущих кромок лезвий в данных пределах, а также ротационных инструментов, обеспечивающих угол наклона траектории резания  $50\div 70^\circ$ .

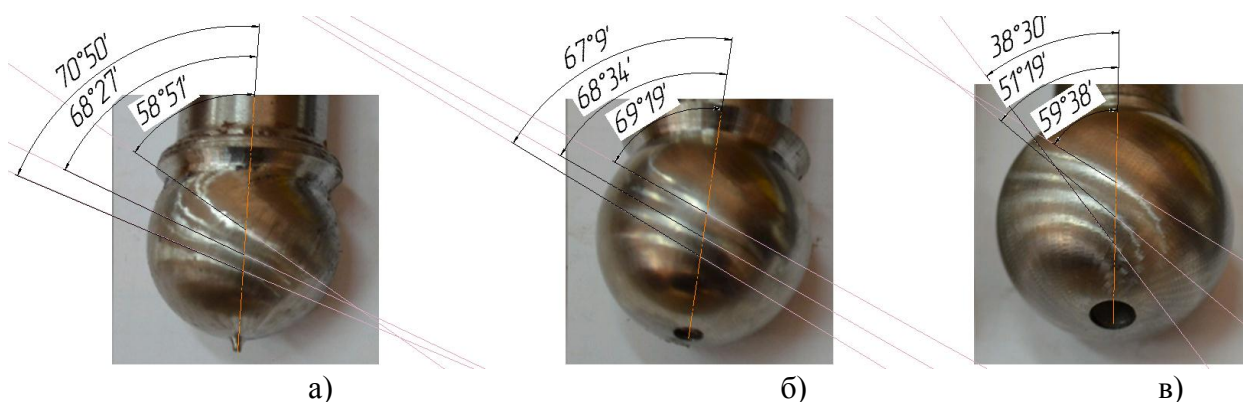


Рисунок 2.2 – Вид сферической поверхности детали и углы наклона линий равной шероховатости:

а –  $R_a$  1,3 мкм при  $n_1=3150 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=20 \text{ мин}^{-1}$  и  $D_{сф}=25 \text{ мм}$ ;

б –  $R_a$  0,6 мкм при  $n_1=3150 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=20 \text{ мин}^{-1}$  и  $D_{сф}=30 \text{ мм}$ ;

в –  $R_a$  0,7 мкм при  $n_1=6300 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=180 \text{ мин}^{-1}$  и  $D_{сф}=35 \text{ мм}$ ;

Данный вывод подтверждают исследования сферической поверхности образцов на атомно-силовом микроскопе модели NT-206 (рисунок 2.3).

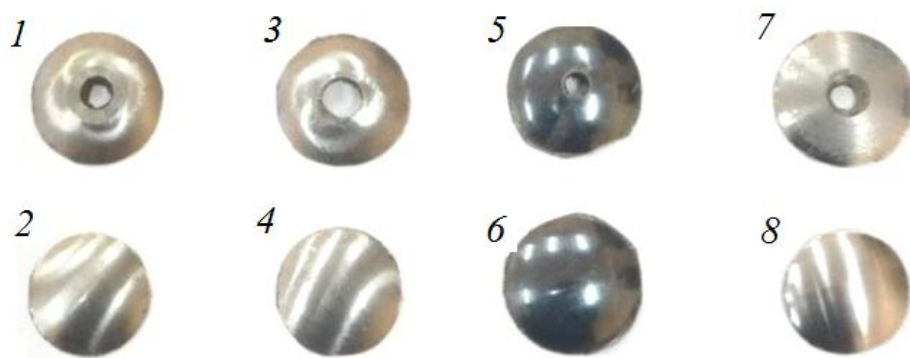


Рисунок 2.3 – Вид образцов для исследования на атомно-силовом микроскопе при обработке вращающимся лезвийным инструментом:

1,2 –  $n_1=3150 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=20 \text{ мин}^{-1}$ ; 3,4 –  $n_1=6300 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=180 \text{ мин}^{-1}$ ; 5,6 –  $n_1=12000 \text{ мин}^{-1}$ ;  $n_2=20 \text{ мин}^{-1}$ ; 7,8 – при обработке резцом на токарном станке с ЧПУ  $n=1200 \text{ мин}^{-1}$  и  $S_o=0,2 \text{ мм/об}$  (верхний ряд – вид поверхности вблизи оси вращения (полюса сферы); нижний ряд – вид поверхности на максимальном удалении от оси вращения (экватор сферы))

В таблице 2.1 представлены топографии обработанных сферических поверхностей, на которых видны неровности-риски по траектории резания, что обеспечивает низкую шероховатость поверхности в промежутке между рисками – траекториями ( $R_a 0,021 \div 0,064$ ). При этом отмечается повышение микротвёрдости поверхности в  $1,5 \div 1,7$  раза по сравнению с основой – увеличение частоты вращения инструмента с  $3000$  до  $6000 \text{ мин}^{-1}$  приводит к увеличению микротвёрдости поверхности на  $10 \div 20\%$  (таблица 2.2).

Таблица 2.1 – Топография поверхности после механической обработки

№ образца	Топография поверхности
2	

Продолжение таблицы 2.1

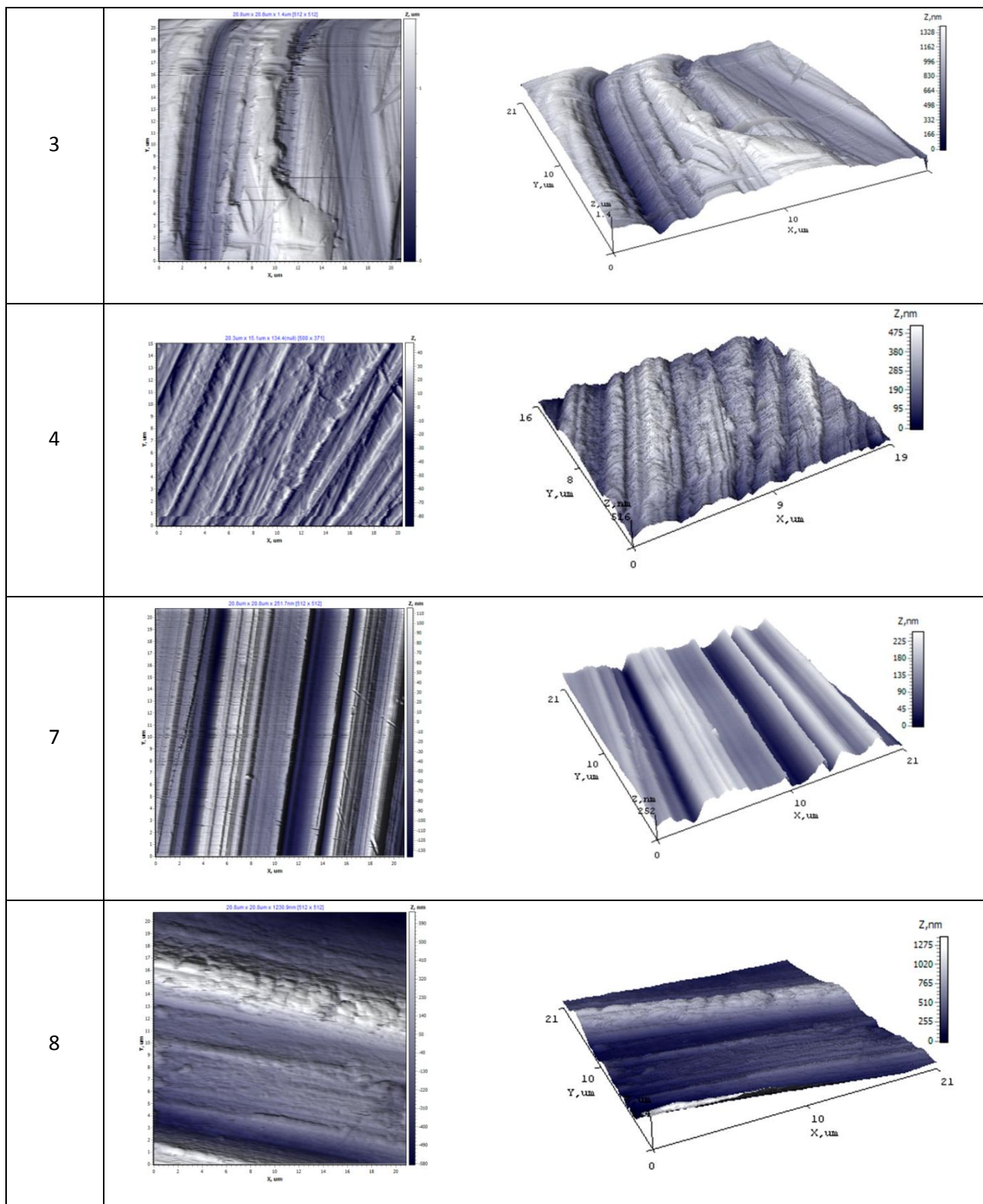


Таблица 2.2 – Значение микротвёрдости поверхностей образцов после механической обработки

№ образца	Вид обработки	Режимы резания	Микротвёрдость, HV 0,025
Образец 1	вращающимся инструментом	$n_1=3150 \text{ мин}^{-1}$	625
Образец 2		$n_2=20 \text{ мин}^{-1}$	750
Образец 3	вращающимся инструментом	$n_1=6300 \text{ мин}^{-1};$ $n_2=180 \text{ мин}^{-1}$	780
Образец 4		850 (твёрдость подложки 282 HV 10)	
Образец 5	вращающимся инструментом	$n_1=12000 \text{ мин}^{-1};$ $n_2=20 \text{ мин}^{-1}$	515
Образец 6		525	
Образец 7	токарным резцом	$n=1200 \text{ мин}^{-1};$ $S_o=0,2 \text{ мм/об}$	565
Образец 8		390 (твёрдость подложки 278 HV 10)	

С целью повышения качества деталей на сферическую поверхность, предварительно полированную, наносилось покрытие из TiN в вакуумной камере установки PVM-0,5FN. Нанесение покрытия обеспечивает уменьшение параметра шероховатости Ra поверхности по сравнению с поверхностью без покрытия примерно в 10 раз – с Ra 56,9÷176,9 до Ra 5,647÷12,031 (таблица 2.3). Причём по мере уменьшения плотности покрытия шероховатость повышается:

Образец А– Ra 5,647; 6,278; 12,031

Образец Б– Ra 19,271; 10,970; 10,195

Образец В– Ra 259,181; 29,945; 341,140

Таблица 2.3 – Значение параметров шероховатости поверхности образцов с покрытием TiN

Образец А						
Измерение	1		2		3	
	По площади	По сечению	По площади	По сечению	По площади	По сечению
Ra:	5,647	5,380	6,278	4,457	12,031	6,457
Rq:	7,699	7,245	8,786	5,954	17,779	7,803

Продолжение таблицы 2.3

Образец Б						
Измерение	1		2		3	
	По площади	По сечению	По площади	По сечению	По площади	По сечению
Ra:	259,181	253,016	29,945	30,982	341,140	481,256
Rq:	316,278	306,588	52,396	41,530	406,016	507,758
Образец В						
Измерение	1		2		3	
	По площади	По сечению	По площади	По сечению	По площади	По сечению
Ra:	19,271	15,281	10,970	9,210	10,195	11,998
Rq:	29,292	25,509	20,590	15,324	18,832	22,289

Микротвёрдость различных участков поверхности сферы с покрытием представлена в таблице 2.4. Участок с высокой плотностью покрытия имеет микротвёрдость 790-800 HV 0,01, с пониженной плотностью покрытия – 750-760 HV 0,01 и низкой плотностью покрытия – 650-660 HV 0,01.

Таблица 2.4 – Микротвёрдость участков поверхности сферы с покрытием

Номер измерения	Маркировка образца	Микротвёрдость, HV 0,01
1	Образец А	802
2		747
3		815
4		797
<b>Среднее значение образца А</b>		<b>790-800</b>
1	Образец Б	797
2		747
3		747
4		731
<b>Среднее значение образца Б</b>		<b>750-760</b>
1	Образец В	656
2		634
3		647
4		673
<b>Среднее значение образца В</b>		<b>650-660</b>



Характерный вид участков поверхности сферы с покрытием представлен на рисунке

2.4.

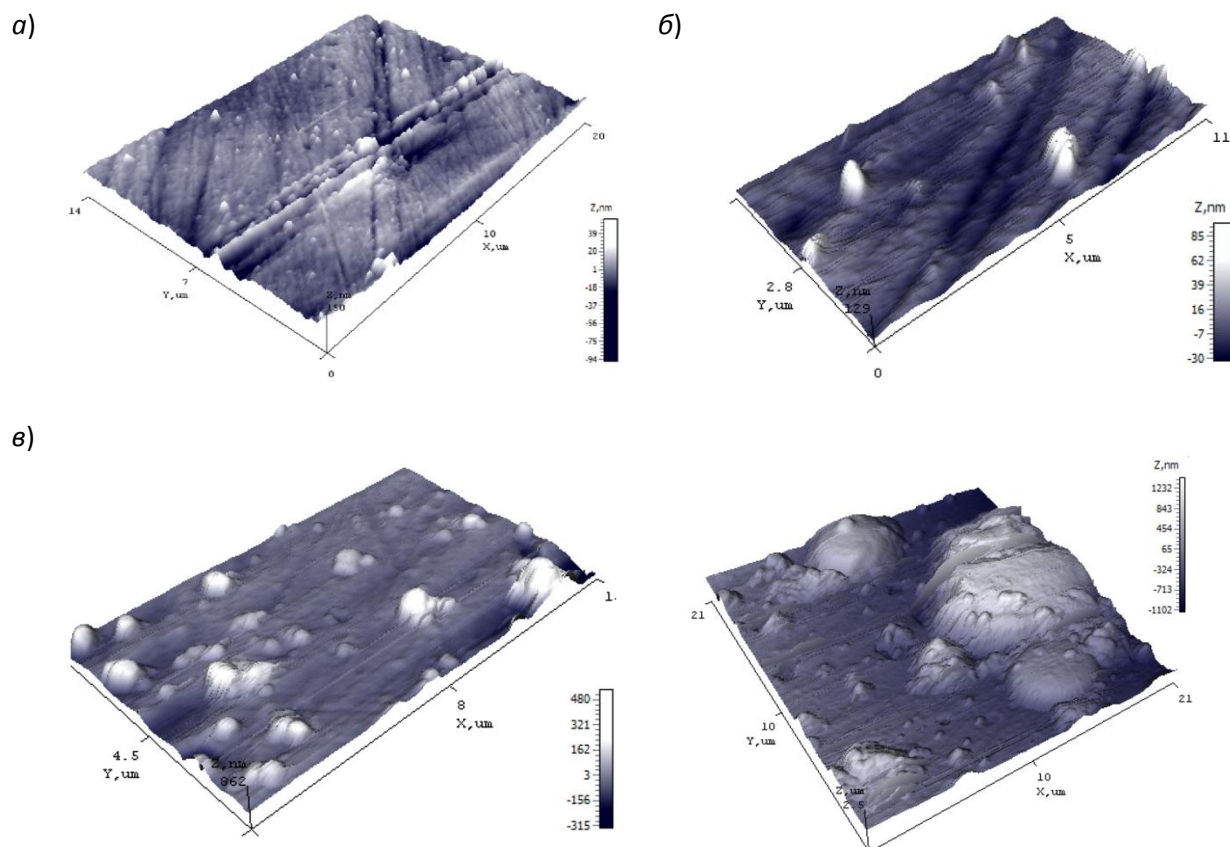


Рисунок 2.4 – Топография поверхности сферы с нанесённым покрытием TiN после обработки вращающимся инструментом: *a* – образец А; *б* – образец Б; *в* – образец В;

Сравнение данных значений микротвёрдости покрытия с микротвёрдостью поверхности сферы без покрытия (таблицы 2.3 и 2.4) показывает, что покрытие обеспечивает повышение микротвёрдости в среднем на 100 HV 0,01.

### 3. Изучение влияния ионно-плазменной обработки на износостойкость покрытий

Износостойкость образцов и изменение коэффициента трения во времени исследовались с использованием машины трения модели МТ-393 при частоте вращения образцов 200 мин<sup>-1</sup> и усилием прижима - 20-40Н. Ответный образец изготавливался из инструментальной стали марки Р6М5. Износ образцов определялся путем взвешивания на аналитических весах модели ВК-1500.1. На рисунке 3.1 показана машина трения МТ-393 и внешний вид образцов при проведении исследований трения и износостойкости.

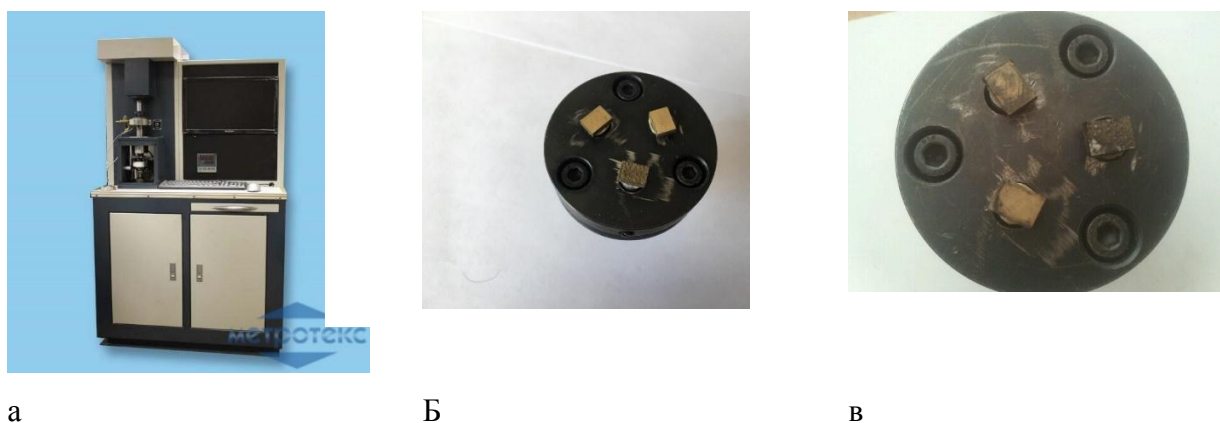


Рисунок 3.1 – Внешний вид машины трения (а) и образцов до (б) и после (в) испытания

Изменения коэффициента трения от времени испытаний и усилия прижима представлены на рисунке 3.2.

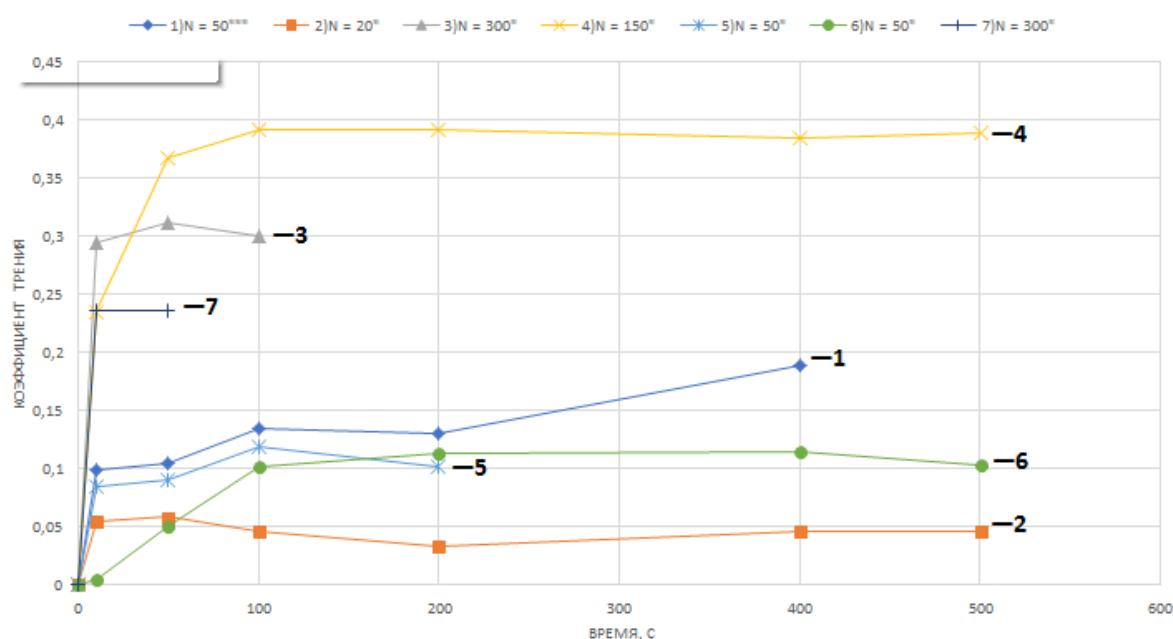


Рисунок 3.2 – Зависимость коэффициента трения от времени испытания при нагрузке 1 – N= 50 , 2 – N= 20, 3 – N= 300, 4 – N= 150, 5 – N= 50, 6 – N= 50, 7 – N= 300 материал: сталь 12X18H10T с покрытием TiN

Анализ зависимостей показывает, что они имеют примерно одинаковый характер изменения коэффициента трения от времени испытаний – в течение первых 100с: интенсивное изменение коэффициента трения, а затем – стабилизация его значений на одном уровне. При значениях усилия прижима образцов в пределах 50Н коэффициент трения имеет значения от 0,05 до 0,15. При увеличении усилия нагружения образцов коэффициент трения возрастает до значения  $0,3 \div 0,4$ .

Результаты исследования износа образцов представлены в таблице 3.1 и на рисунке 3.4.

Таблица 3.1 – Износ шлифованных и нешлифованных образцов

Номер образца	Вес до испытаний, мг.	Вес после испытаний, мг.	Весовой износ, мг.	Материал
1	4,510	4,505	0,005	95ХС+TiN шлифованный
2	4,470	4,440	0,030	95ХС+TiN нешлифованный

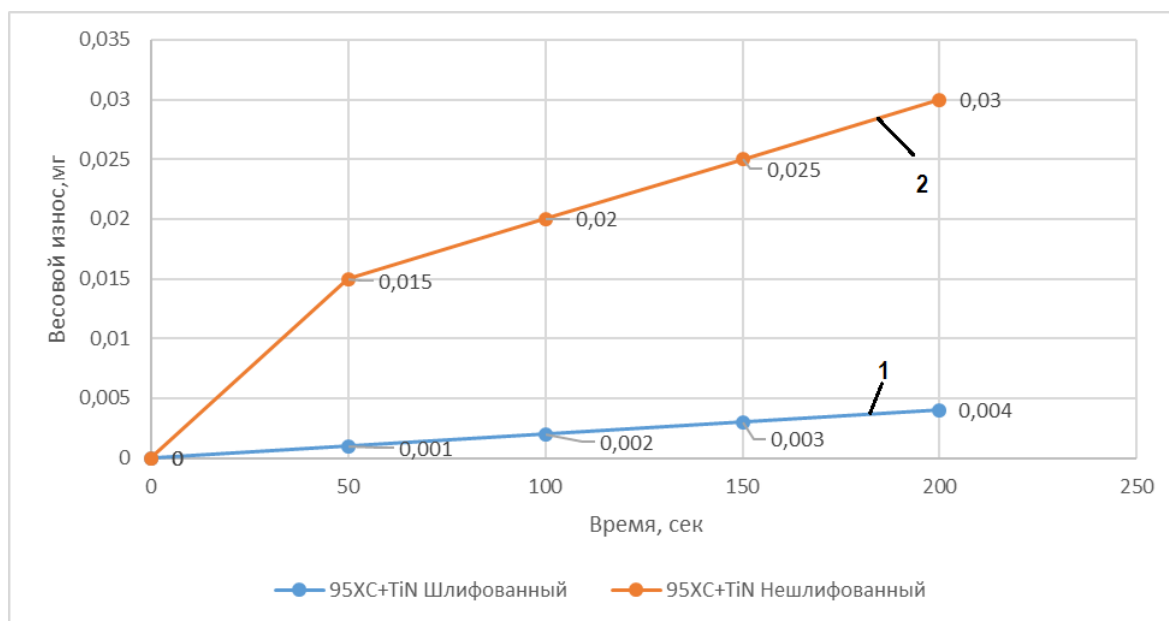


Рисунок 3.4 – Зависимости износостойкости образцов от времени испытания:

1-шлифованный, 2- нешлифованный

Как видно из графика, износостойкость образцов, полученных нанесением покрытия из нитрида титана на шлифованную поверхность газотермического покрытия 95ХС, выше в 2 раза, чем нешлифованных.

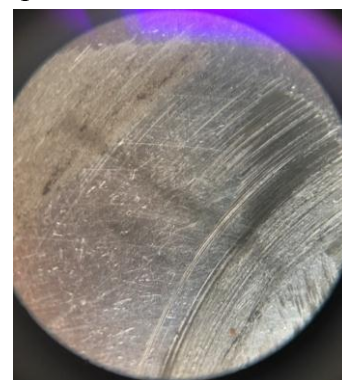
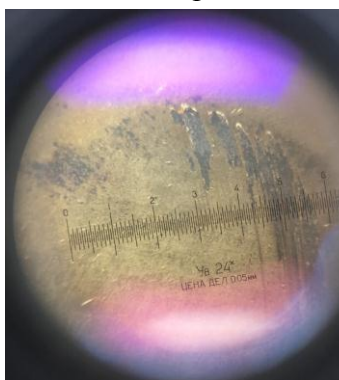
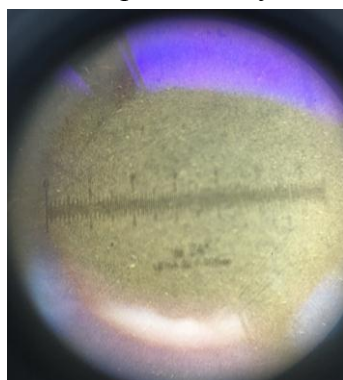
Согласно методики исследований были проведены исследования износостойкости третьей группы образцов из стали 12Х18Н10Т без покрытия и с покрытием нитридом титана на машине трения МТ-393 при различных режимах. Внешний вид образцов после испытания приведён на рисунках 3.5 ÷ 3.11.



Рисунок 3.5 – Внешний вид образцов после испытания на машине трения при следующих режимах: усилие прижима – 20Н, скорость – 200мин<sup>-1</sup>, время – 560сек



Рисунок 3.6 – Внешний вид образцов после испытания на машине трения при следующих режимах: усилие прижима – 40Н, скорость – 200мин<sup>-1</sup>, время – 560сек



а

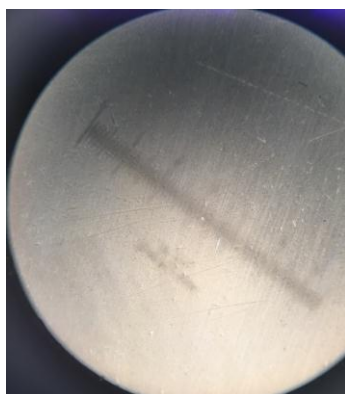
б

в

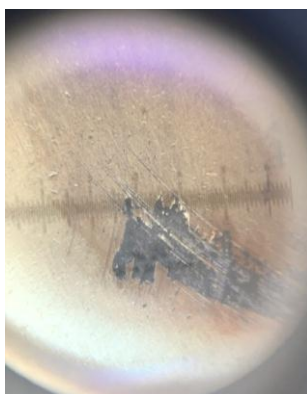
Рисунок 3.7 – Внешний вид образцов с напыленным покрытием из нитрида титана (а, б) и без напыления (в) после испытания с нагрузкой 40Н



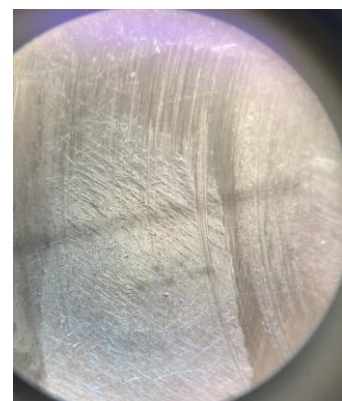
Рисунок 3.8 – Внешний вид образцов после испытания на машине трения при следующих режимах: усилие прижима – 70Н, скорость – 200мин<sup>-1</sup>, время – 560сек



а



б



в

Рисунок 3.9 – Внешний вид образцов с напыленным нитридом титана (а, б) и без напыления (в) после испытания с нагрузкой 70Н



Рисунок 3.10 – Внешний вид образцов после испытания на машине трения при следующих режимах: усилие прижима – 150Н, скорость – 200мин<sup>-1</sup>, время – 560сек





Рисунок 3.11 – Внешний вид образцов после испытания на машине трения при следующих режимах: усилие прижима – 300Н, скорость – 200мин<sup>-1</sup>, время – 560сек

С увеличением усилия прижима с 40Н до 70, 150 и 300Н износ образца и перенос частиц материала с ответного образца возрастают. Предел нагрузки для образцов с покрытием нитрида титана составляет 150Н, после этого предела нагрузки применение покрытия нецелесообразно. На образцах без покрытия более заметны следы истирания поверхности.

Результаты исследований износа образцов третьей группы представлены в таблице 3.2 и на рисунке 3.12.

Таблица 3.2 – Износ образцов

Номер образца	Материал	Вес до испытаний, г.	Вес после испытаний, г.	Весовой износ, г.
1	12X18H10T +TiN	1,110	1,034	0,076
2	12X18H10T +TiN	1,305	1,213	0,092
3	12X18H10T	1,086	0,744	0,342

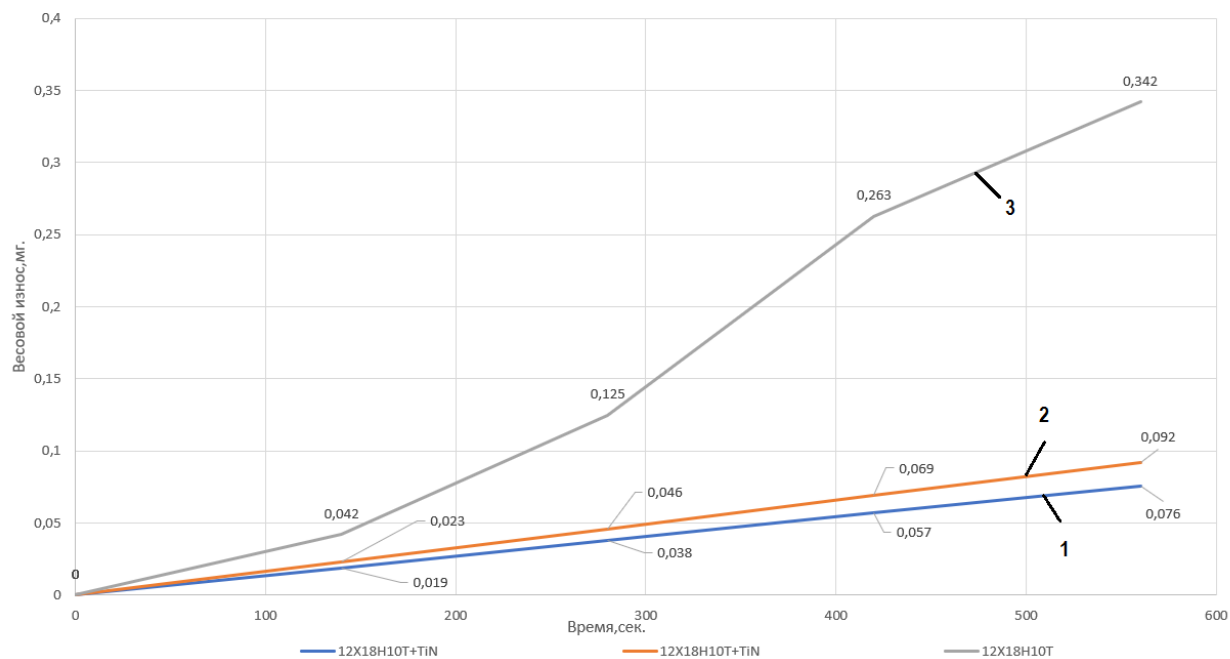


Рисунок 3.12 - Зависимости износа образцов от времени испытания: 1 и 2 - образцы с напыленным нитридом титана, 3 - образец без напыления

Как видно из графика на рисунке 3.12, износостойкость образцов с покрытием из нитрида титана выше, чем у образцов без покрытия.

#### 4 Изучение влияния ионно-плазменной обработки на коррозионную стойкость покрытий

Согласно методики исследований были проведены исследования коррозионной стойкости третьей группы образцов из стали 12Х18Н10Т без покрытия и с покрытием из нитрида титана путем их травления в плавиковой кислоте. Результаты исследования представлены на рисунке 4.1.

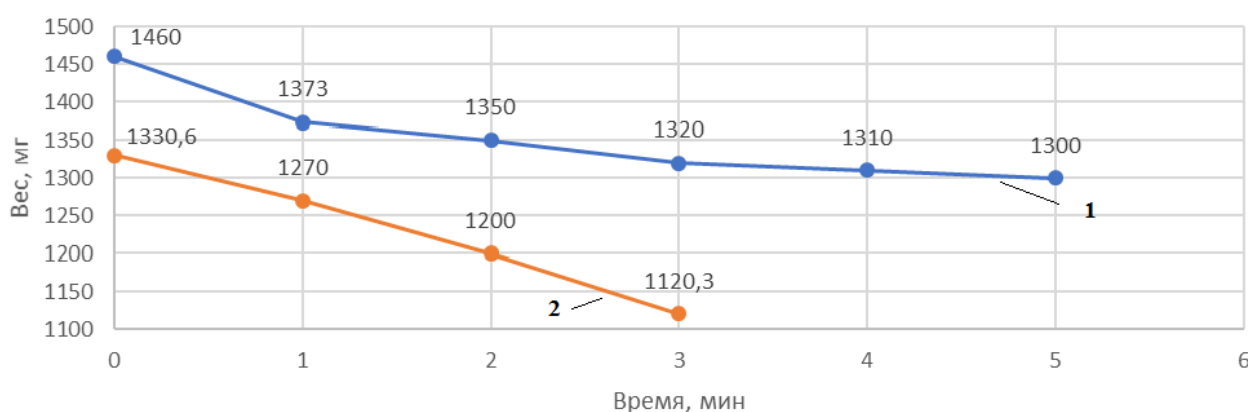


Рисунок 4.1 – Зависимости износа образцов от времени травления:  
1-без покрытия, 2- с покрытием TiN

Как видно из графика, коррозионная стойкость образцов после нанесения покрытия (нитрид титана) выше, чем без покрытия.

На рисунке 4.2 показан внешний вид образцов при проведении исследований коррозионной стойкости.

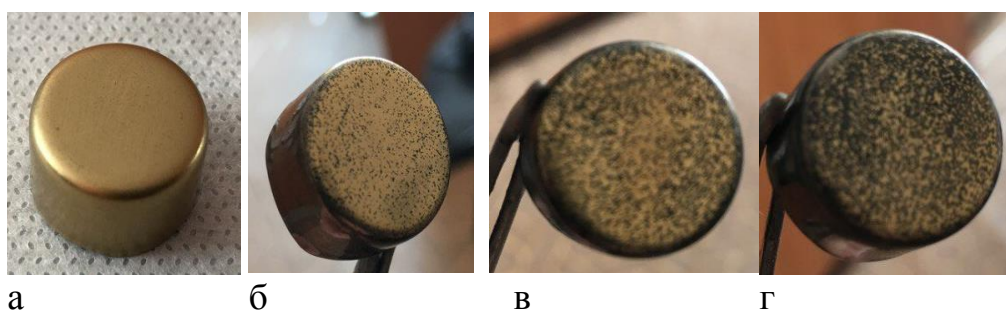


Рисунок 4.2 – Внешний вид образцов после времени обработки в плавиковой кислоте:  
а - 1 мин., б - 2 мин., в - 3 мин., г - 4 мин..



## 5 Исследование влияния комбинированной обработки на теплостойкость образцов

Теплостойкость образцов с покрытием определяется тепловым режимом нагрева поверхности при механической и ионно-плазменной обработке. Что касается ионно-плазменной обработки, то тепловой режим в вакуумной камере заранее определен технологическим регламентом. Температура нагрева образцов не превышает 150-200°С, что не приводит к каким-либо существенным изменениям в структуре и свойствах основы образца. Температура нагрева образцов при предварительной механической подготовке поверхностей требует дополнительных исследований.

Особенностью предлагаемой в данной работе комбинированной механической обработки поверхностей является высокие значения частоты вращения режущего инструмента (до 12000 мин<sup>-1</sup>). При такой частоте вращения инструмента обеспечиваются высокие значения скорости резания (более 600 м/мин.), что может приводить к нагреву обрабатываемой поверхности образцов и снижению их теплостойкости.

Экспериментальные исследования полученной после резания стружки показывают, что её форма на этапе врезания инструмента в заготовку имеет ленточный вид (рисунок 5.1, а) длиной 3,5÷7,5 мм и шириной 0,45÷0,72 мм. На этапе выхаживания при высокой частоте вращения инструмента (12000 мин<sup>-1</sup>) форма стружки – мелкодисперсная (пылевидная) (рисунок 5.1, б), а при затуплении инструмента и существенном возрастании температуры в зоне резания стружка «спекается» в виде капель (рисунок 5.1, в). Установлено снижение деформации срезаемого слоя в 1,5 раза по сравнению с традиционными методами обработки резанием.

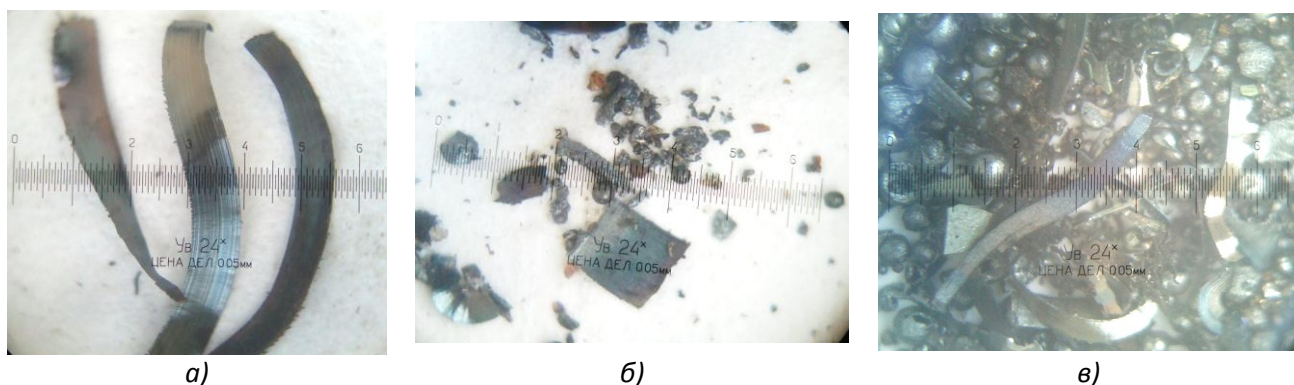


Рисунок 5.1 – Формы стружки при:

а – врезании; б – выхаживании; г – при работе затупленным инструментом

Кинематические особенности комбинированной лезвийной обработки резанием связаны с периодически изменяющейся по величине поперечной подачей, приводящей к изме-

нению частоты вращения инструмента  $n_1$  и заготовки  $n_2$ : на этапе врезания частоты вращения снижаются и на этапе выхаживания (выглаживания) возрастают (рисунок 5.2, а и б). Соответственно образом изменяется сила в зоне резания: на этапе врезания – возрастает, а на этапе выхаживания – снижается (рисунок 5.2, в). Такое циклическое изменение силы резания может приводить к изменению свойств поверхностного слоя детали.

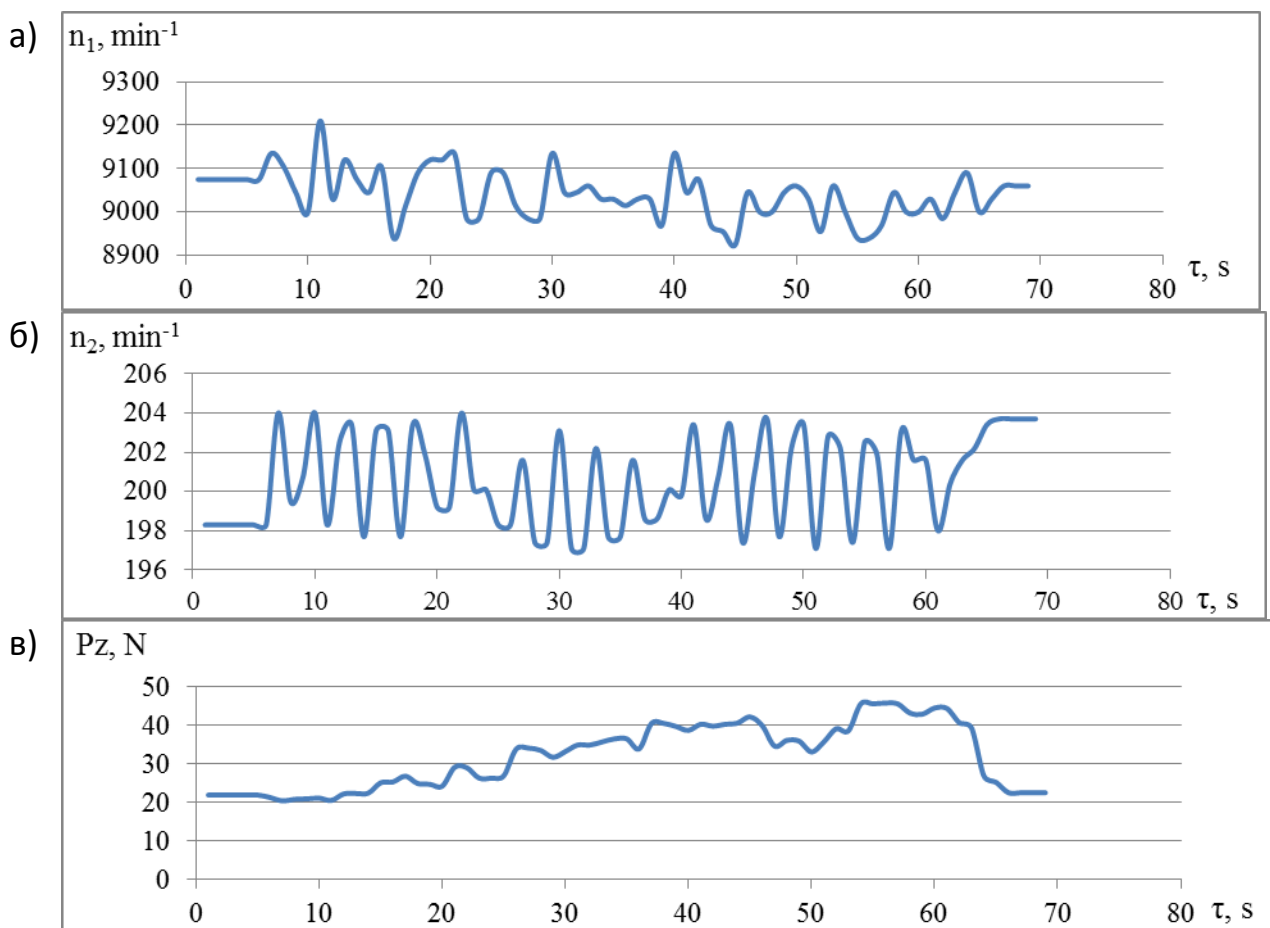


Рисунок 5.2. – Графики изменения параметров и физических характеристик комбинированной скоростной лезвийной обработки:

а – частоты вращения инструмента;

б – частоты вращения заготовки;

в – силы резания.

Исследование температуры стружки с использованием метода калориметрирования показали, что на этапе врезания инструмента в заготовку её значения не превышают 410-460  $^{\circ}\text{C}$ , а на этапах выхаживания и выглаживания при затуплении лезвия инструмента могут достигать значений 1000-1200  $^{\circ}\text{C}$ . Измерения температуры поверхности детали пирометром «Optris LS» показали, что её значения не превышают 60-120  $^{\circ}\text{C}$  и с течением времени обра-

ботки возрастают (рисунок 5.3). Эти результаты исследований подтверждают выводы других авторов [10] о том, что до 90% образующейся при резании теплоты уходит в стружку.

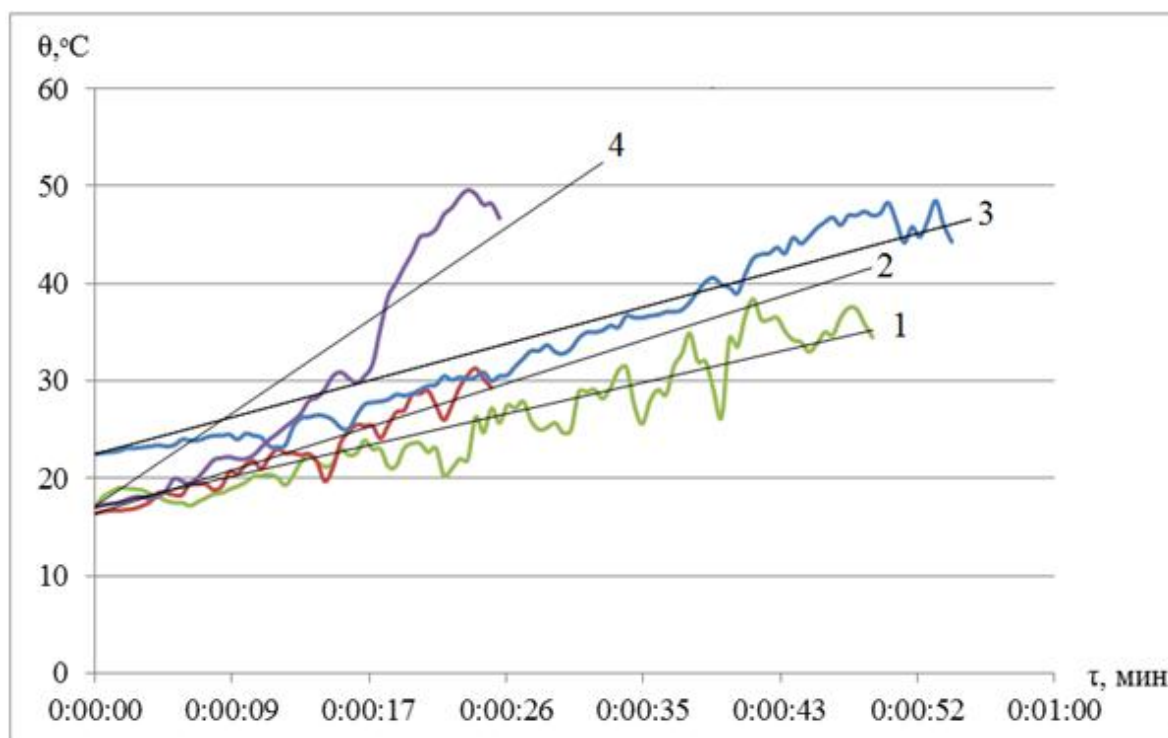


Рисунок 5.3. – Зависимости изменения температуры поверхности детали от времени обра-

ботки частота вращения инструмента  $n_1$  и подача,  $S_p$  при:

1 –  $n_1=3150 \text{ мин}^{-1}$ ,  $S_p=1,61 \text{ мм/мин}$ ; 2 –  $n_1=6300 \text{ мин}^{-1}$ ,  $S_p=2,25 \text{ мм/мин}$ ;

3 –  $n_1=9000 \text{ мин}^{-1}$ ,  $S_p=0,853 \text{ мм/мин}$ ; 4 –  $n_1=12000 \text{ мин}^{-1}$ ,  $S_p=1,543 \text{ мм/мин}$ ;

диаметр детали – 35 мм, частота вращения детали –  $n_2=200 \text{ мин}^{-1}$

Можно предположить, что тепловые условия формирования поверхности детали не окажут существенного влияния на изменение её эксплуатационных свойств.

Анализ зависимости показывает, что они имеют примерно одинаковый характер изменения коэффициента трения, от времени испытаний – в течение первых 100с. Интенсивное изменение коэффициента трения, а затем от... изменения на одном уровне. При значениях усилия прижима образцов в пределах 50Н коэффициент трения имеет значение от 0,05 до 0,15. При увеличении усилия нагружения образцов коэффициент трения возрастает до значение  $0,3 \div 0,4$  (рисунок 5.4).

## 6 Оптимизация режимов и условий ионно-плазменной обработки высоколегированных инструментальных сталей

С целью оптимизации режимов ионно-плазменной обработки была разработана регрессионная модель типа  $y=f(x)$ , в которой в качестве функции  $y$  был выбран износ  $W$  покрытия. В качестве переменных факторов выбраны технологические характеристики ионно-вакуумной установки, такие как ток  $J$ , температура  $\theta$  и вакуум (давление)  $V$ .

Таким образом, функциональная связь выходной характеристики и параметров обработки может быть представлена в виде

$$W = f(J, \theta, V)$$

Учитывая, что факторы  $J, \theta$  и  $V$  изменяются на двух уровнях – максимальном и минимальном (таблица 6.1), может быть реализован полный факторный эксперимент типа  $2^3$ , т.е. для оптимизации режимов обработки требуется провести 8 опытов.

Таблица 6.1 – Уровни и интервалы варьирования факторов

Уровень	Код	Параметры нанесения покрытия (факторы)		
		Ток $J, A$ ( $x_1$ )	Температура $\theta, ^\circ C$ ( $x_2$ )	Вакуум $V, (x_3)$
Верхний	+1	98	250	$6 \cdot 10^{-3}$
Нижний	-1	89	150	$3 \cdot 10^{-3}$

Модель может быть описана полиномом первой степени:

$$W = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3, \quad (6.1)$$

где  $x_1, x_2, x_3$  – факторы;

$a_0, a_1, a_2, a_3$  – коэффициенты регрессии.

Факторы определяются по формулам:

$$x_1 = \frac{2(\lg J - \lg J_{\varphi})}{\lg J_{\max} - \lg J_{\min}} \quad (6.2)$$

$$x_2 = \frac{2(\lg \theta - \lg \theta_{\varphi})}{\lg \theta_{\max} - \lg \theta_{\min}} \quad (6.3)$$

$$x_3 = \frac{2(\lg V - \lg V_{\varphi})}{\lg V_{\max} - \lg V_{\min}} \quad (6.4)$$

Коэффициенты регрессии:

$$\alpha_j = \frac{\sum_{i=1}^k x_{ji} \cdot y_i}{k}$$

где  $x_{ji}$  – фактор;

$j$  – номер фактора (ноль для вычисления  $a_0$ );

$i$  – номер опыта в матрице планирования;

$k$  – количество опытов в матрице;

$y_i$  – средний отклик по  $k$  опытам в точке с номером  $i$ .

или

$$a_0 = \frac{\lg w_1 + \dots + \lg w_8}{8}, \quad (6.5)$$

$$a_1 = \frac{-\lg w_1 + \lg w_2 - \dots + \lg w_8}{8}, \quad (6.6)$$

$$a_2 = \frac{-\lg w_1 - \lg w_2 + \dots + \lg w_8}{8}, \quad (6.7)$$

$$a_3 = \frac{-\lg w_1 - \lg w_2 - \dots + \lg w_8}{8}. \quad (6.8)$$

Матрица планирования эксперимента типа  $2^3$  представляет собой перебор максимальных и минимальных значений факторов  $J, \theta$  и  $V$  с соответствующим знаком  $+1$  и  $-1$  по 8 опытам и результаты измерений значения  $W$  в каждом опыте (таблица 6.2)

Таблица 6.2 – Матрица планирования эксперимента

№ опыта	Код			Результаты измерения, $W$ , мг
	$J$	$\theta$	$V$	
1	-1	-1	-1	0,042
2	+1	-1	-1	0,04
3	-1	+1	-1	0,038
4	+1	+1	-1	0,032
5	-1	-1	+1	0,041
6	+1	-1	+1	0,039
7	-1	+1	+1	0,033
8	+1	+1	+1	0,03

Значение факторов изменяется в пределах, обеспечиваемых технологическими характеристиками установки  $PVM-0,5FN$ :

$$J=85-95 \text{ А}, \quad \theta=150 \div 250^\circ \text{С}; \quad V=3 \cdot 10^{-3} \text{ МПа} - 6 \cdot 10^{-3} \text{ МПа}.$$

В качестве исходного материала использовалась сталь типа 12Х18Н10Т с покрытием TiN.

Материал катода титановый сплав ВТ1-0, технологическая среда – азот. В результате экспериментов, описанных в разделе 2 и 3 и решения уравнения регрессии (6.2)–(6.8) установлены оптимальные значения параметров обработки  $J, \theta$  и  $V$ , обеспечивающие максимальную износостойкость нанесенного покрытия: ток – 90А, температура – 200 °С, вакуум –  $5 \cdot 10^{-3}$  мПа.

Проверка однородности дисперсий по критерию Фишера

$F_p = \frac{S_1^2}{S_2^2}$ , где  $S_1^2 > S_2^2$  подтвердила достоверность полученных данных

7 Разработка технологических рекомендаций по комбинированной обработке материалов

По результатам исследований упрочненных образцов предлагается два варианта технологических регламентов:

I вариант

1. Предварительная подготовка поверхности образцов точением, фрезерованием и шлифованием на стандартных режимах резания.
2. Нанесение газотермическим методом подслоя из стали X20H80 толщиной 0,1 мм и покрытия из инструментальной стали 95X18 толщиной 1мм.
3. Шлифование и фрезерование поверхности на стандартных режимах резания.
4. Нанесение ионно-плазменным методом (рисунок 7.1) покрытия из нитрида титана толщиной 5-10 мкм при давлении азота 0,097 Па и пропана – 100Па, вакууме в камере установки –  $5 \cdot 10^{-3}$  МПа, температуре – 200°C, токе – 90А, времени нанесения покрытия 20-30 мин.



Рисунок 7.1 – Внешний вид вакуумной установки PVM-0,5 FN

II вариант

1. Предварительная обработка поверхности образцов вращающимся лезвийным инструментом с частотой 3000–6000мин<sup>-1</sup>.
2. Нанесение покрытия из нитрида титана ионно-плазменным методом на режимах, указанных в п.4 варианта I.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Изучен структурно-фазовый состав инструментальных материалов с ионно-плазменным покрытием из нитрида титана. На нешлифовальных образцах зарегистрированы следующие фазы: TiN (TiN – ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m,  $a=0,424173$  нм, карточка PDF № 38-1420),  $\alpha$ -Ti (ГПУ кристаллическая решетка, пространственная группа P63/mmc,  $a=0,29505$  нм,  $c=0,46826$ , карточка PDF № 44-1294), а также  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO. Фазы  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO регистрируются от газотермического покрытия из стали 95X18 вследствие малой толщины осажденного нитридного слоя. Необходимо отметить, что в нешлифованном покрытии несколько снижается содержание  $\gamma$ -фазы.

На шлифовальных образцах зарегистрированы следующие фазы: TiN (TiN – ГЦК кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m,  $a=0,424173$  нм, карточка PDF № 38-1420),  $\alpha$ -Ti (ГПУ кристаллическая решетка, пространственная группа P63/mmc,  $a=0,29505$  нм,  $c=0,46826$ , карточка PDF № 44-1294), а также  $\gamma$ -Fe,  $\alpha$ -Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO. Интенсивность дифракционных линий от подложки снижается, что связано с большей толщиной нитридного слоя. Необходимо отметить, что в шлифованном покрытии 95X18 существенно уменьшается содержание  $\gamma$ -фазы ( $V_{\gamma} = 25$  об. %), что связано с  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращением при шлифовании.

2. Установлено, что микротвёрдость покрытия из инструментальной стали 95XC, полученного газотермическим методом, составляет 500Н 0,05, микротвёрдость нитридного слоя составляет 2000 HV 0,05. Покрытие из нитрида титана обеспечивает повышение микротвёрдости поверхности с регулярным микрорельефом в среднем на 100 HV0,01 по сравнению с основной

3. Нанесение покрытия из нитрида титана на шлифовальную поверхность образцов обеспечивает снижение параметра Ra шероховатости до 10 раз; причём чем больше плотность покрытия, тем меньше шероховатость поверхности. Формирование регулярного микрорельефа с использованием комбинированной обработки обеспечивает параметр Ra  $0,02 \div 0,06$ .

4. Комбинированное покрытие из инструментальной стали 95X18 и TiN обеспечивает снижение износа на  $30 \div 50\%$  по сравнению с образцом без покрытия и в 1,5-2 раза по сравнению с образцом из стали 12X18H10T с покрытием из TiN.

5. Установлено, что после нанесения покрытия из нитрида титана коррозионная стойкость образцов из стали 12X18H10T увеличивается в  $1,7 \div 2$  раза.

6. Комбинированная механическая и ионно-плазменная обработка образцов приводит к нагреву их поверхностей в пределах  $-120-200^{\circ}\text{C}$ , что гарантирует неизменность структуры и фазового состава основы покрытия.



7. Рекомендуется проводить ионно-плазменную обработку образцов в течение 30-40 мин. при токе 90А, температуре 200°С, вакууме  $5 \cdot 10^{-3}$  Мпа, давлении азота 0,097Па и пропаном 100Па.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Справочник по триботехнике : в 3 т. Т. 1 : Теоретические основы./ под общ.ред. М. Хебды, А.В. Чичинадзе. – М.: Машиностроение, 1989. — 400 с.
- 2 Шнейдер, Ю.Г. Эксплуатационные свойства деталей с регулярным микрорельефом / Ю.Г. Шнейдер. – 2-е изд. перераб. и доп. – Л. : Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1982. – 248 с.
- 3 Попок Н.Н., Кукареко В.А., Хмельницкий Р.С., Гвоздь Г.И., Анисимов В.С. Кинематическое и технологическое обеспечение формирования регулярного микрорельефа сферических поверхностей деталей комбинированной обработкой резанием. Вестник Полоцкого государственного университета: Промышленность, Прикладные науки. Серия В. 2017. — № 11 – С. 16-26.
- 4 Белоцерковский М.А., Григорчик А.Н., Попок Н.Н. Структурно-фазовое состояние и износостойкость гиперзвуковых газотермических покрытий из проволочных высокохромистых сталей. Сб. научных трудов. Современные методы и технологии создания и обработки материалов: В 3 кн. Кн. 2. Технология и оборудование механической и физико-технической обработки / редколлегия: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2014. с. 117 – 122.
- 5 Кукареко В.А., Григорчик А.Н., Белоцерковский М.А., Попок Н.Н. Износостойкость гиперзвуковых газотермических покрытий из высокохромистых сталей / Материалы международной научно-технической конференции «Инновационные технологии в машиностроении» ( под общ. Ред. А.И.Гордиенко, В.К.Шелег), ПГУ, Новополоцк,2015, с.135-138.
- 6 Попок Н.Н., Дербуш С.В., Попок А.Н. «Ионные источники: виды, конструкции, применения» (Ion Sources: Variety, Construction, Application) / Новополоцк: ПГУ, 2016, с.41.
- 7 Попок Н.Н., Сачивко Я.С., Хмельницкий Р.С., Анисимов В.С., Пуйман Е.В., Башлачёв Д.А. Инженерия поверхностей деталей нанесением регулярного микрорельефа и износостойкого покрытия / В сб.: «Современные методы и технологии создания и обработки материалов» в 3-х кн., кн.2 «Технология и оборудование механической и физико-технической обработки; МНТК, ФТИ НАН Беларуси,2018г., с.212-217.
- 8 Каталог Sandvik Coromant Металлорежущие вращающиеся инструменты и оснастка 2015.
- 9 Попок Н.Н. Шероховатость поверхности детали при обработке ротационным инструментом с прерывистой режущей кромкой: Сб. «Машиностроение», Минск: Вып.15, 1990г. – с. 18-22.
- 10 Высокоскоростная обработка [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://insoftmach.ru/HSC.html>. – Дата доступа: 29.10.2017.