ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ И ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЖУРНАЛ

УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ

№ 3 (135)
март
2016

Издается с января 2005 г.

Главный редактор
д.т.н., проф.
Ю.В. ПАНФИЛОВ

Председатель редакционного совета
д.т.н., проф., заслуженный деятель науки и техники РФ
В.Ф. БЕЗЪЯЗЫЧНЫЙ

Заместитель главного редактора
д.ф.-м.н., проф.
В.Ю. ФОМИНСКИЙ

Заместители председателя редакционного совета:
д.т.н., проф.
В.Ю. БЛЮМЕНШТЕЙН
д.т.н., проф.
А.В. КИРИЧЕК
д.т.н., проф.
О.В. ЧУДИНА

Редакционный совет:
Ю.П. АНКУДИМОВ, к.т.н., доц.
А.П. БАБИЧЕВ, д.т.н., проф.
В.П. БАЛКОВ, к.т.н.
В.М. БАШКОВ, к.т.н., доц.
А.И. БЕЛИКОВ, к.т.н., доц.
А.И. БОЛДЫРЕВ, д.т.н., проф.
С.Н. ГРИГОРЬЕВ, д.т.н., проф.
В.Е. ГРОМОВ, д.т.н., проф.
В.А. ЗЕМСКОВ, к.т.н.
С.А. КЛИМЕНКО, д.т.н., проф.
Ю.Р. КОПЫЛОВ, д.т.н., проф.
Н.К. КРИОНИ, д.т.н., проф.
В.А. ЛЕБЕДЕВ, к.т.н., проф.
В.В. ЛЮБИМОВ, д.т.н., проф.
Е.Д. МАКАРЕНКО
Б.Я. МОКРИЦКИЙ, д.т.н., проф.
Ф.И. ПАНТЕЛЕЕНКО, д.т.н., проф.
Х.М. РАХИМЯНОВ, д.т.н., проф.
Б.П. САУШКИН, д.т.н., проф.
В.П. СМОЛЕНЦЕВ, д.т.н., проф.
А.М. СМЫСЛОВ, д.т.н., проф.
Г.А. СУХОЧЕВ, д.т.н., проф.
В.П. ТАБАКОВ, д.т.н., проф.
В.А. ШУЛОВ, д.ф.-м.н., проф.
М.Л. ХЕЙФЕЦ, д.т.н., проф.

Редакция:
И.Н. МЫМРИНА
Т.В. ПАРАЙСКАЯ

Журнал распространяется по подписке, которую можно оформить в любом почтовом отделении (индексы по каталогам: "Роспечать" **85159,** "Пресса России" **39269,** "Почта России" **60252)** или в издательстве.
Тел.: (499) 269-52-98,
268-47-19.
E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Журнал зарегистрирован в Министерстве связи и массовых коммуникаций РФ. Свидетельство о регистрации ПИ № ФС 77-63956 от 09.12.2015 г.

СОДЕРЖАНИЕ

МЕХАНИЧЕСКАЯ УПРОЧНЯЮЩАЯ ОБРАБОТКА

Бабичев А.П., Твердуха А.О., Пастухов Ф.А. Виброволновая стабилизирующая обработка деталей из алюминиевых сплавов 3

ОБРАБОТКА КОНЦЕНТРИРОВАННЫМИ ПОТОКАМИ ЭНЕРГИИ

Беляев Е.С., Павлов С.И., Свиденко Е.В. Повышение износостойкости режущего инструмента с пластинами из твердого сплава Т15К6 6

Бровер А.В., Бровер Г.И., Болдырева Л.Д. Прогнозирование структуры и свойств облученных лазером сталей методом мультифрактальной параметризации 9

Гадалов В.Н., Винокуров О.В., Бредихина О.А., Скрипкина Ю.В., Шеставина С.В. Исследование кинетики процесса формирования локальным электроискровым нанесением покрытия, его структуры и фазового состава на спеченном сплаве ОТ4, полученном из отходов металлообработки 15

Лебедев В.А., Максимов С.Ю., Лендел И.В., Козырко О.А. Трибологические свойства металла, наплавленного с использованием управляемой импульсной подачи электродной проволоки 18

ХИМИЧЕСКАЯ, ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКАЯ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА

Богодухов С.И., Козик Е.С., Свиденко Е.В. Влияние химико-термической обработки на износостойкость спеченных твердых сплавов 21

Панков В.П. Исследования комбинированных жаростойких покрытий лопаток турбин газотурбинных двигателей 26

Шестопалова Л.П. Особенности формирования азотированного слоя хромистой стали после предварительного оксидирования 31

ПОЛИМЕРНЫЕ И КОМПОЗИЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ

Миронов В.Г., Шилов Г.Т., Ильмалиев Ж.Б., Омурбекова К.Р. Оптимизация состава и способа получения нового наплавочного самофлюсующегося порошкового сплава на основе железа с введением лигатуры хром-бор 39

ИНФОРМАЦИЯ. ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ОПЫТ

Амелина О.Д., Нестеров С.Б. Разработка бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 (группы ВК100): расчетно-экспериментальное определение размера частиц порошка минерализатора для изготовления керамической шихты 44

Перепечатка, все виды копирования и воспроизведения материалов, публикуемых в журнале "Упрочняющие технологии и покрытия", допускаются со ссылкой на источник информации и только с разрешения редакции

Журнал входит в Перечень утвержденных ВАК РФ изданий для публикации трудов соискателей ученых степеней

© Издательство "Инновационное машиностроение", "Упрочняющие технологии и покрытия", 2016

THE MONTHLY SCIENTIFIC AND PRODUCTION JOURNAL

STRENGTHENING TECHNOLOGIES AND COATINGS

№ 3 (135)
March
2016

Since 2005, January

Editor-in-Chief
Dr. of Eng. Sci.
Yu.V. PANFILOV

Chair of Editorial Council
Dr. of Eng. Sci., The honoured worker of a science and technics of the RF
V.F. BEZYAZYCHNYI

Editorial Assistant
Dr. of Phys.-Math. Sci.
V.Yu. FOMINSKY

Chairman Assistants:
Dr. of Eng. Sci.
V.Yu. BLUMENSTEIN
Dr. of Eng. Sci.
A.V. KIRICHEK
Dr. of Eng. Sci.
O.V. CHUDINA

Editorial council:
Yu.P. ANKUDIMOV
A.P. BABICHEV
V.P. BALKOV
V.M. BASHKOV
A.I. BELIKOV
A.I. BOLDYREV
S.N. GRIGORIEV
V.E. GROMOV
V.A. ZEMSKOV
S.A. KLIMENKO
Yu.R. KOPYLOV
N.K. KRIONI
V.A. LEBEDEV
V.V. LYUBIMOV
E.D. MAKARENKO
B.Ya. MOKRITSKY
F.I. PANTELEENKO
H.M. RAHIMYANOV
B.P. SAUSHKIN
V.A. SHULOV
V.P. SMOLENTSEV
A.M. SMYSLOV
G.A. SUHOCHEV
V.P. TABAKOV
M.L. KHEIFETS

Edition:
I.N. MYMRINA
T.V. PARAYSKAYA

Journal is spreaded on a subscription, which can be issued in any post office (index on the catalogues: "Rospechat" **85159,** "Pressa Rossii" **39269,**"Pochta Rossii" **60252)** or in publishing office.
Ph.: (499) 269-52-98, 268-47-19.
E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Journal is registered by Ministry of Telecom and Mass Communications of RF. The certificate of registration ПИ № ФС 77-63956. 09.12.2015

CONTENTS

MECHANICAL STRENGTHENING PROCESSING

Babichev A.P., Tverdukha A.O., Pastukhov Ph.A. Vibrowave stabilizing machining of aluminum alloys 3

PROCESSING BY CONCENTRATED STREAMS OF ENERGY

Belyaev E.S., Pavlov S.I., Svidenko E.V. Improving the wear resistance of the cutting tool with hard-alloy plates T15K6 6

Brover A.V., Brover G.I., Boldyreva L.D. Prediction of structure and properties of steels laser irradiated by multifractal parametrization 9

Gadalov V.N., Vinokurov O.V., Bredihina O.A., Skripkina Yu.V., Shestavina S.V. Research of kinetics of formation process with local electrospark drawing of a covering, his structure and phase structure on sintered alloy OT4, received from waste production of his metal working 15

Lebedev V.A., Maximov S.Yu., Lendel I.V., Kozyrko O.A. Tribological properties of metal deposited using a control pulsing welding wire 18

CHEMICAL, CHEMICO-THERMAL AND ELECTROCHEMICAL PROCESSING

Bogodukhov S.I., Kozik E.S., Svidenko E.V. The influence of chemical and thermal processing on the wear resistance of the sintered hard alloys 21

Pankov V.P. Probes of the combined heat-resistant coverings of shovels of turbines of gas-turbine engines 26

Shestopalova L.P. Peculliarities of formation of nitriding layer of alloy steel after a prior oxidation 31

POLYMER AND COMPOSITE COATINGS

Mironov V.G., Shilov G.T., Ilmaliev Zh.B., Omurbekova K.R. Optimization of composition of the new surfacing of self-fluxing iron-based alloy powder with the injection of ligatures chromium-boron 39

INFORMATION. PRODUCTION EXPERIENCE

Amelina O.D., Nesterov S.B. Development of non-sintering technology for vacuum-tight corundum ceramics VC100-1 and VC100-2 (group VC100): calculating-experimental determination of the mineralizer powder particle size to prepare ceramic charge 44

Reprint is possible only with the reference to the journal "Strengthening technologies and coatings"

Journal is included in the List of the Highest Attestation Committee of Russian Federation (VAK RF) for publication of basic results of doctoral theses

© "Innovative mashinostroenie Publishers", "Strengthening Technologies and Coatings", 2016

УДК 621.9.048.6

А.П. Бабичев, А.О. Твердуха, Ф.А. Пастухов
(Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону)
E-mail: vibrotech@mail.ru

Виброволновая стабилизирующая обработка деталей из алюминиевых сплавов

Представлены результаты экспериментального исследования возможности использования виброволновой стабилизирующей обработки деталей, изготовленных из алюминиевых сплавов, взамен термостабилизирующей обработки.

Ключевые слова: *размерная стабильность, виброволновая стабилизирующая обработка, микротвердость, виброволновое воздействие.*

The article presents the results of an experimental study of the possibility of using vibrowave stabilizing treatment of parts made of aluminum alloys instead thermostabilizing processing.

Keywords: *dimensional stability, vibrovawe stabilizing processing, microhardness, vibrowave impact.*

Стабилизирующая обработка деталей находит широкое применение в технологии для обеспечения размерной стабильности деталей в процессе их эксплуатации в различных условиях. Для этих целей используются методы естественного и искусственного старения, временного, динамического, термического воздействия. В динамических методах стабилизирующей обработки используются циклические нагрузки, волновые воздействия. В практике находят применение методы вибрационной и виброволновой стабилизирующей обработки.

В статье представлены результаты исследования возможности использования виброволновой стабилизирующей обработки (ВиСО) деталей радиоантенных устройств, изготовленных из алюминиевого сплава АМцМ, взамен их термостабилизирующей обработки. Для экспериментальных исследований в качестве образцов использовали натурные детали в виде дисков (рис. 1) и специальных образцов (рис. 2). Обработку образцов осуществляли в специальных приспособлениях — пакетах. Схема упаковки и расположения образцов в пакете представлена на рис. 3. В рассматриваемом пакете все образцы после вибрационной обработки показали снижение микротвердости.

а) *б)*

Рис. 1. Диск:
а — вид спереди; *б* — вид сзади

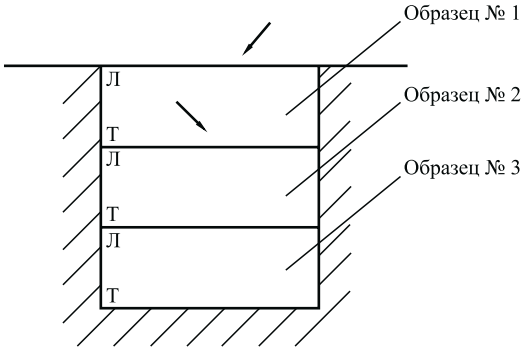


Рис. 2. Схема обработки специальных образцов

Результаты измерения микротвердости и отклонения от плоскостности

Номер образца	Число образцов в пакете	Время обработки, мин	Сторона измерения	Микротвердость, МПа			Изменение H_μ после точения, МПа	Отклонение от плоскостности, мм
				исходная H_μ	после ВиСО	после точения		
1	3	30	Л	376,24	384,3	378,6	–5,7	0,02
			Т	361,6	376,8	367,1	–9,7	
2			Л	383,4	390,8	386,2	–4,6	0,01
			Т	370,6	385,1	372	–13,1	
3			Л	404,3	402	364,4	–37,6	0,01
			Т	—	—	360,1	—	
4	2	30	Л	373,2	407,4	384,6	–22,8	0,02
			Т	417	392	391,1	–0,9	
5			Л	389,1	400,8	367,4	–33,4	0,01
			Т	359,3	382,1	400,7	+17,6	
6	1	10	Л	398,7	392,9	365	–27,9	0,025
			Т	385	377,6	396	+18,4	
7	1	60	Л	444,7	442,9	321,1	–121,8	0,02
			Т	402,7	404,8	378,6	–26,2	

Особенностью результатов обработки пакета специальных образцов является снижение микротвердости лицевой (Л) и тыльной (Т) сторон всех образцов, что, несомненно, представляет интерес для определенных технологических операций, например вибрационной стабилизирующей обработки.

Обработку осуществляли в среде стальных шаров диаметром d = 7 мм при колебаниях с амплитудой A = 2,5 мм и частотой f = 30 Гц; объем рабочей камеры составлял 40 дм^3; время обработки t = 30 мин.

Изменение состояния образцов контролировали путем измерения микротвердости. Оно осуществлялось с двух сторон: лицевой — нагружаемой и тыльной — противоположной (см. рис. 2).

Контроль геометрических параметров (отклонения от плоскостности) проводили согласно заводской инструкции с использованием лекальной линейки L = 200 мм (класс 0) и набора щупов № 1 класса 2.

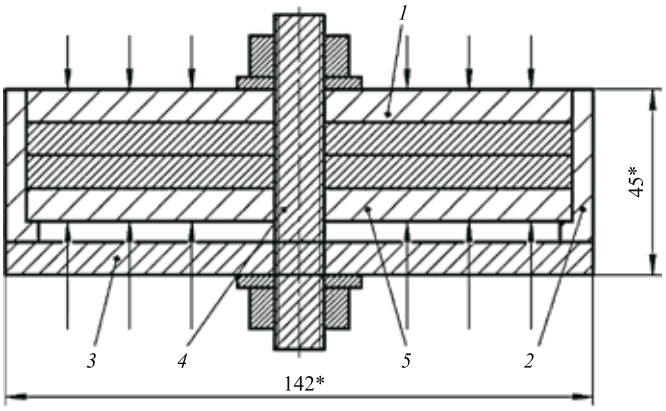


Рис. 3. Обработка натурных деталей пакетом из двух штук:
1, *5* — технологический образец многоразового использования; *2* — корпус; *3* — планка; *4* — шпилька

Обработку образцов в виде натурных деталей проводили по несколько иной схеме: первый пакет был составлен из трех образцов (дисков), обработку которых выполняли в течение 30 мин; второй пакет состоял из двух образцов и также подвергался обработке в течение 30 мин. Следующие образцы обрабатывали по одному в оправке: в первом случае 10 мин, во втором 60 мин. Результаты измерений представлены в таблице.

Выводы

Анализируя полученные результаты, необходимо отметить следующее:

1. У всех образцов, обработанных в приспособлениях в пакетах или отдельно, наблюдается изменение микротвердости H_μ различного уровня.

2. Предварительный анализ показывает, что характер и уровень изменения H_μ зависят от размера и положения образца в упаковке (пакете).

3. Возможно получение одинакового знака изменения H_μ (снижение или повышение) при виброволновом воздействии.

4. Положение образцов в пакете влияет на стабилизацию формы (плоскостность) образцов после точения (окончательной обработки со снятием припуска). В частности, первые образцы в пакете, воспринимающие воздействие нагрузки, несмотря на сходный характер изменения H_μ, имели бóльшие отклонения от плоскостности по сравнению с расположенными ниже образцами (см. значения отклонения от плоскостности

в пакете из трех образцов: у первого образца — отклонение 0,2 мм, тогда как у второго и третьего — отклонение 0,01 мм, допустимые по ТУ). При пакете из двух образцов: первый, воспринимающий нагрузку, имел отклонение от плоскостности 0,02 мм, тогда как второй, воспринимающий лишь волновое (при отсутствии контактного) нагружение, — 0,01 мм. Исходя из этого сделано предположение, проверенное в дальнейшем, о необходимости закрывать упаковку пакета образцов сверху технологическим образцом многоразового использования.

5. Для практического применения полученных результатов необходимо экспериментально отработать оптимальное число образцов в пакете, обеспечивающее требуемое отклонение от плоскостности.

6. Спектр параметров волнового воздействия, оказывающих влияние на изменение состояния стабильности обрабатываемых деталей (структурного состояния материала) и существенно повышающих спектр изменяемых параметров в рассматриваемой работе, весьма широк.

7. Дальнейшее расширение спектра целесообразно для накопления дополнительной информации о виброволновом воздействии на параметры размерной стабильности материала и процесса стабилизирующей обработки деталей.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Бабичев А.П., Бабичев И.А.** Основы вибрационной технологии. Ростов-н/Д.: Изд. центр ДГТУ, 2008. 694 с.

2. **Хонкин М.Л., Локшин И.Х.** Размерная стабильность металлов и сплавов в точном машиностроении. М.: Машиностроение, 1974.

3. **Бабичев А.П., Сибирский В.В., Шевцов С.Н.** Выбор оптимальных режимов вибрационной стабилизирующей обработки корпусных деталей балочной конструкции // Прогрессивная отделочно-упрочняющая технология. Ростов-н/Д. 1982. С. 3—18.

4. **Борздыка А.М., Гецов Л.В.** Релаксация напряжений в металлах и сплавах. М.: Металлургия, 1978. 256 с.

5. **Локшин И.Х., Жданов Г.С.** Исследование эффективности ультразвуковой, вибрационной и вибрационно-термической стабилизирующей обработки // Вопросы электроники. 1986. Вып. 3. С. 31—48.

Продолжается подписка на журнал «Упрочняющие технологии и покрытия»

- За наличный и безналичный расчет
- С любого номера и на любой срок
- Без почтовых наценок

Присылайте заказы и обращайтесь за дополнительной информацией в отдел продаж, маркетинга и рекламы:

107076, г. Москва, Колодезный пер., д. 2А
Тел.: (495) 785-60-69
e-mail: realiz@mashin.ru, www.mashin.ru

УДК 621.9.048

Е.С. Беляев, С.И. Павлов *(Оренбургский государственный университет)*,
Е.В. Свиденко *(Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева)*
E-mail: ogu@mailgate.ru

Повышение износостойкости режущего инструмента с пластинами из твердого сплава Т15К6

Повышение износостойкости инструмента, оснащенного пластинами из твердых сплавов группы ТК, является актуальной задачей. Немногочисленные литературные данные по этому вопросу базируются в основном на экспериментальной базе. Авторами была сделана попытка провести сравнение эмпирических данных с теоретической моделью.

Ключевые слова: *твердый сплав Т15К6, термическая и химикотермическая обработка, лазерное упрочнение.*

The increase of wear resistance of tool equipped with carbide plates of alloys of the group TK is an urgent problem. The few literature data on this issue are based mainly on an experimentbasis. The authors also attempted to compare the empirical data with the theoretical model.

Keywords: *solid alloy T15K6, termal and termochemical treatment, laser hardening.*

Повышение эксплуатационных характеристик инструмента с твердосплавными пластинами было достигнуто термической обработкой с нагревом рабочей поверхности лазерным лучом. Для исследования использовали образцы в виде четырехгранных пластин Т15К6, нагрев проводили лазером ЛК 700 в двух атмосферах: кислороде и азоте.

Обработку лазером провели по контуру от заданной точки по часовой стрелке (расстояние от режущей кромки около 1,5 мм по глубине канавки передней поверхности).

При лазерном нагреве давление кислорода уменьшали до 0,2 атм. Диаметр сфокусированного луча d = 2,5 мм. В начальной стадии провели нагрев при мощности 300 Вт, при скоростях перемещения луча 2, 4 и 8 мм/с при этом имели место оплавление кромок

Матрица планирования эксперимента

Номер опыта i	Значения факторов				Число проходов	Износ	
	x_1		x_2				
	Мощность, Вт	Скорость перемещения луча, мм/с	Кодирование	Натуральное значение параметра, %		$h_п$	$h_з$
Опыты на верхнем и нижнем уровнях							
1	400	1250	+1	20	5	0,06	0,04
2	200	1250	+1	20	5	0,06	0,1
3	400	2250	–1	10	5	0,02	0,02
4	200	2250	–1	10	5	0,04	0,1
Параллельные опыты на основном уровне							
5-1	300	1250	0	15	5	0,03	0,02
6-2	300	1500	0	15	5	0,1	0,08
7-3	300	2250	0	15	5	0,08	0,08
Исходные пластины твердого сплава Т15К6, без лазерного воздействия					5	0,14	0,1

и наличие макро- и микротрещин. В следующей серии опытов скорость перемещения луча увеличили до 20, 30 и 40 мм/с. Результаты планирования эксперимента представлены в таблице.

Пластины из твердого сплава Т15К6, прошедшие термическую обработку, и пластины в исходном состоянии подвергали испытаниям резания на токарно-винторезном станке 16К20 по стали ОС (по структуре и свойствам близкой к стали 50) с размерами прутка: наружный диаметр 160 мм, внутренний диаметр 20 мм, длина 200 мм. Режим резания: глубина 1 мм; подача 0,1 мм/об; частота вращения $n = 355$ с$^{-1}$, число проходов — 5.

Варьировали мощность излучения и скорость перемещения лазерного луча в пределах (300±100) Вт и (20±10) мм/с соответственно. Диаметр сфоокусированного луча составлял 2,5 мм; среда O_2; давление — 0,3 атм. Обработка экспериментальных данных позволила получить зависимости для износа по передней $h_п$ и задней $h_з$ поверхностям от варьируемых параметров:

$$h_п(P, V) = 0{,}06 + P(0{,}001 - 8{,}33333 \cdot 10^{-8}V) + 0V;$$

$$h_з(P, V) = 0{,}14 + P(-0{,}0002 - 8{,}33333 \cdot 10^{-8}V) + \\ + 0{,}0000166667V,$$

где $h_п(P, V)$ — износ по передней поверхности, мм; $h_з(P, V)$ — износ по задней поверхности, мм; P — мощность, Вт; V — скорость перемещения лазерного луча, мм/с.

Эти зависимости графически представлены на рис. 1, 2.

При определенном режиме можно добиться того, чтобы износ по обеим поверхностям был равномерным (линия l, рис. 3). Незначительная кривизна кривой четвертого порядка l на рис. 3 делает ее похожей на прямую линию.

Эмпирически было установлено, что зависимость температуры на поверхности пластины от мощности лазерной установки представляется уравнением

$$T = 42{,}000 + 0{,}3201P + 0{,}0018P^2.$$

Трудности с определением температуры внутри пластины (процесс очень скоротечный) привели к необходимости построения аналитической модели. За основу была взята известная зависимость для определения температуры нагрева лазером [3]

$$T(z,t) = \frac{q}{\lambda} 2(at)^{1/2} \left\{ \frac{1}{\sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{z^2}{4at}\right) - \frac{z}{2(at)^{1/2}} \Phi\left(\frac{z}{2(at)^{1/2}}\right) \right\},$$

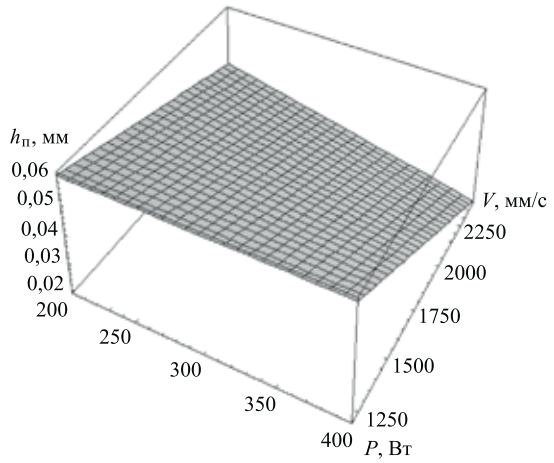


Рис. 1. Зависимость износа по передней поверхности от *P* и *V*

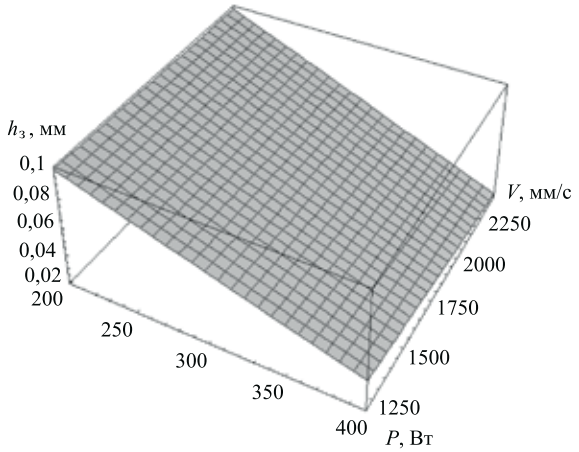


Рис. 2. Зависимость износа по задней поверхности от *P* и *V*

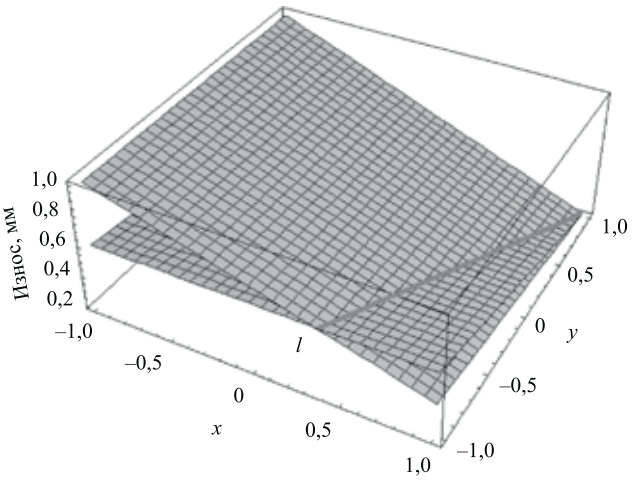


Рис. 3. Линия равномерного износа:
x, y — кодированные входящие параметры: плотность мощности и скорость перемещения луча соответственно

где $\Phi(z)$ — функция ошибок; q — плотность мощности воздействия, Дж/м^2; λ — теплопроводность твердого сплава, Вт/(м · К); a — температуропроводность твердого сплава, м^2/с; t — время нагрева, с; z — глубина прогрева, мм.

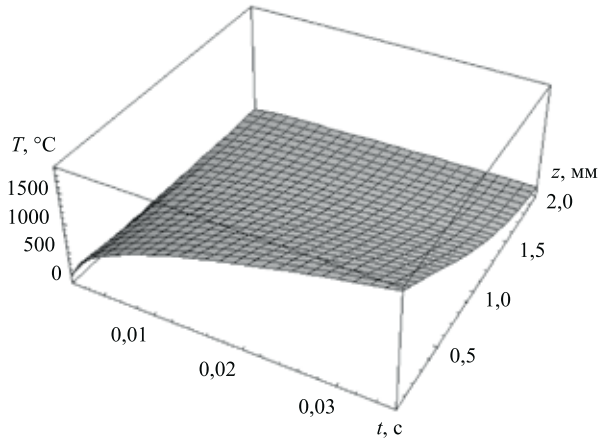


Рис. 4. Изменение температуры нагрева *T* по глубине *z* в зависимости от времени обработки *t*

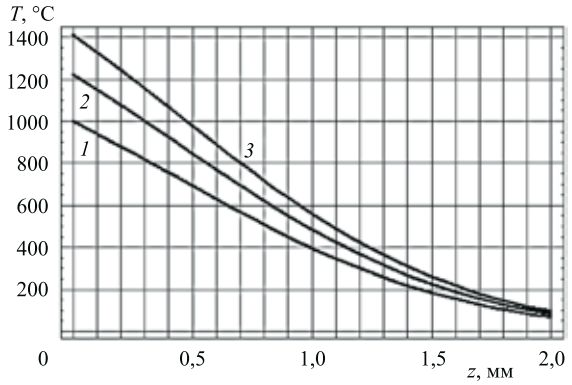


Рис. 5. Зависимости температуры нагрева *T* от глубины прогрева *z*:
1 — $t = 0{,}01$ с; *2* — $t = 0{,}015$ с; *3* — $t = 0{,}02$ с

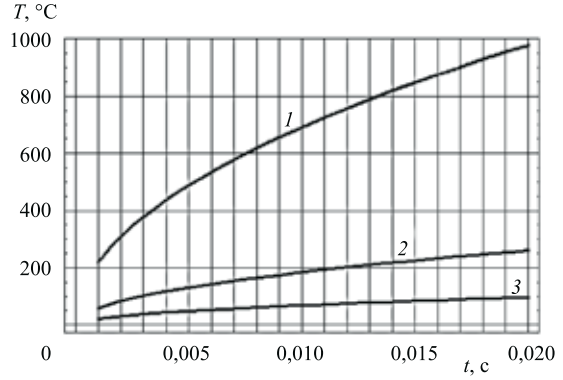


Рис. 6. Зависимости температуры нагрева *T* от времени *t*:
1 — глубина прогрева $z = 2{,}0$ мм; *2* — $z = 1{,}5$ мм; *3* — $z = 2{,}0$ мм

С учетом непостоянства теплофизических характеристик получили решения, приведенные на рис. 4...6.

Для скорости нагрева образца *W* также была построена зависимость от времени и глубины прогрева (рис. 7). На графике хорошо видно резкое изменение скорости нагрева в начальный момент времени, затем процесс стабилизируется.

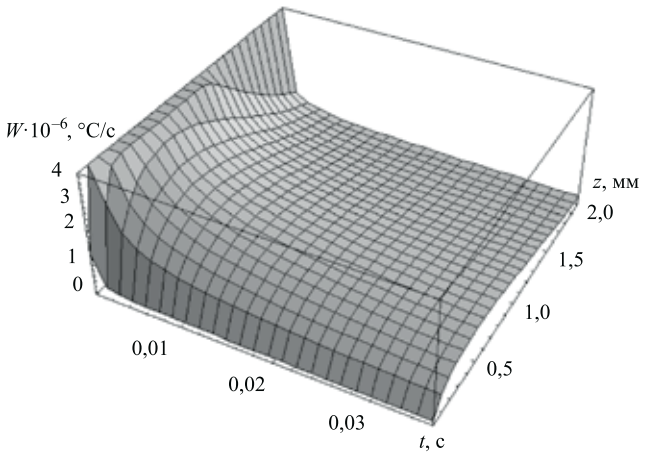


Рис. 7. Изменение скорости нагрева *W* по глубине прогрева *z* как функция времени *t*

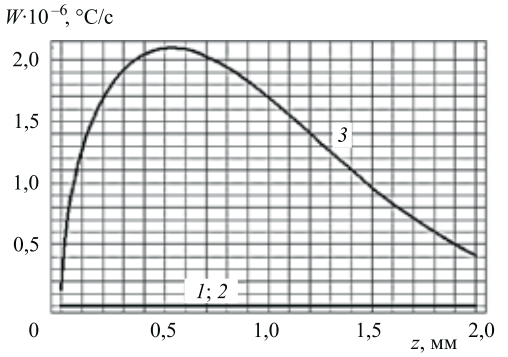


Рис. 8. Зависимости скорости нагрева *W* от глубины прогрева *z*:
1 — $t = 0{,}02$ с; *2* — $t = 0{,}015$ с; *3* — $t = 0{,}01$ с

В начальный момент времени под воздействием термических напряжений возможно появление на поверхности расслоений, трещин и микротрещин. Наибольшее влияние на нелинейность в начале процесса нагрева оказывает мощность излучения.

На двумерных графиках хорошо заметно, что в начальный период скорость нагрева резко возрастает, затем процесс стабилизируется (рис. 8).

Эмпирически было установлено, что между износостойкостью и микротвердостью пластины существует связь, позволяющая по замерам твердости косвенно судить о стойкости пластины,

$$\frac{\left(-3022{,}67 + H + 2{,}4273\mathrm{T} - 0{,}0014\mathrm{T}^2\right)^2}{\left(13459{,}1 - 23{,}101\mathrm{T} + 0{,}01\mathrm{T}^2\right)^2} \equiv W,$$

где *H* — износостойкость, г/мм²; T — микротвердость HV.

На рис. 9 приведены результаты элементного анализа образцов твердого сплава Т15К6 после лазерной

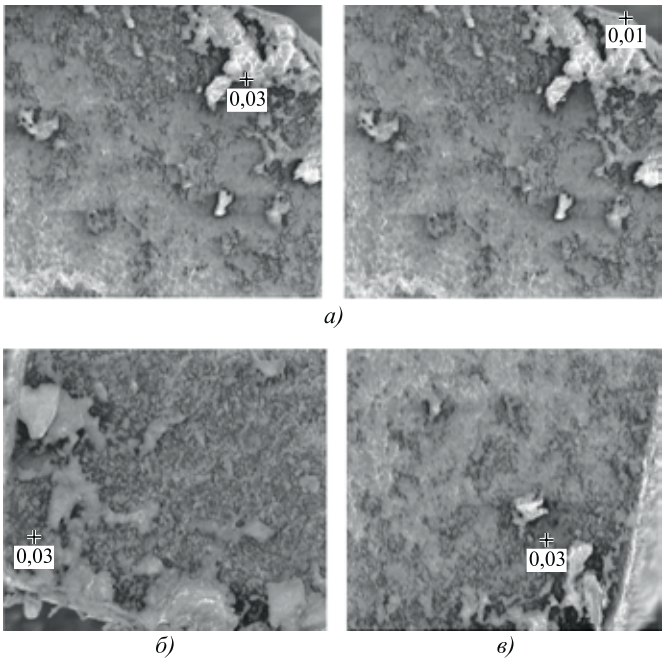


Рис. 9. Элементный анализ в точках твердого сплава Т15К6 после лазерной обработки по различным режимам (Jeol JCM 6000): *а* — точки 1 и 3 (P = 200 Вт; d = 2,5 мм; V = 20 мм/с); *б* — точка 3 (P = 300 Вт; d = 2,5 мм; V = 20 мм/с); *в* — точка 3 (P = 400 Вт; d = 2,5 мм; V = 20 мм/с)

обработки по различным режимам на растровом электроннном микроскопе Jeol JCM 6000.

По анализируемым режимам P = 200 Вт, d = 2,5 мм, V = 20 мм/с; P = 300 Вт, d = 2,5 мм, V = 20 мм/с в пяти точках массовая доля элементов N и C мало изменяется, что показывает на неизменность фазовых структурных составляющих твердого сплава Т15К6.

Таким образом, можно сделать вывод, что при использовании лазера в качестве источника нагрева износостойкость пластин из твердого сплава Т15К6 может быть увеличена в 1,5...3 раза. Эффективность нагрева регулируется скоростью перемещения лазерного луча и мощностью излучения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Богодухов С.И., Козик Е.С.** Материаловедение: Учебник. М.: Машиностроение, 2015. 504 с.

2. **Григорьянц А.Г., Мисюров А.И.** Технологические процессы лазерной обработки. М., МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2006. 664 с.

3. **Дьяконов В.П.** Mathematica 5.1/5.2/6 в математических и научно-технических расчетах. М.: "СОЛОН-Пресс", 2008. С. 744.

УДК 621.785:669.14.018.29

Бровер А.В., Бровер Г.И., Болдырева Л.Д.
(Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону)
E-mail: brover@mail.ru

Прогнозирование структуры и свойств облученных лазером сталей методом мультифрактальной параметризации

Представлены результаты экспериментальных исследований особенностей структурного состояния и свойств поверхностных слоев сталей после лазерной обработки. Рассмотрена взаимосвязь между процессами самоорганизации, устойчивости, адаптивности структур, формирующихся в процессе лазерного облучения, и свойствами материалов с использованием основных положений синергетики и теории фракталов.

Ключевые слова: *структура сталей, лазерная обработка, количественная параметризация, мультифрактальный анализ.*

The article presents the results of experimental studies of the structural features of the state and properties of the surface layers of steels after laser treatment. The relationship between the processes of self-sustainability, adaptive structures formed during the laser irradiation, and the properties of the materials reviewed with using the main provisions of synergetics and the theory of fractals.

Keywords: *steel structure, laser treatment, quantitative parameterization, multifractal analysis.*

Введение

На современном уровне развития машиностроения постоянно повышается уровень требований к конструкционным и инструментальным материалам. В связи с этим требуется их усовершенствование или создание на их основе новых материалов со специальными свойствами, в том числе путем использования различных вариантов обработки концентрированными потоками энергии. В частности, необходим поиск взаимосвязи между процессами самоорганизации, устойчивости, адаптивности структур,

формирующихся в процессе лазерного облучения, и свойствами материалов с использованием основных положений синергетики и теории фракталов. Введение количественных показателей структур в виде фрактальной размерности позволяет описывать различные структурные уровни в рамках мультифрактального анализа и прогнозировать свойства облученных сталей [1—3].

Методика исследований и их результаты

Мультифрактальнную параметризацию структуры технического железа, стали 45 и У10 после лазерной обработки (ЛО) проводили с использованием программного пакета MFR Project. Цифровые микрофотографии поверхностных облученных слоев сталей разбивали на ячейки 512×512 pix с использованием метода генерации мер огрубленных разбиений. При выборе масштабного уровня приемлемым оказалось увеличение снимков в 500 раз. В качестве информационных единиц выступали границы зерен и межфазные границы, видимые после перевода изображений в битовый режим в графическом редакторе.

Корректность программного вычисления мультифрактальных характеристик $f(a)$ и D_q спектров размерности Реньи определяли из условия $D_{q1} \geqslant D_{q2}$, $q_1 \leqslant q_2$, $q > 0$ — для канонического спектра и $D_{q1} \leqslant D_{q2}$, $q_1 \leqslant q_2$, $q > 0$ — для псевдоспектра.

В качестве примера на рис. 1 представлены характерные участки микроструктуры облученного техниче-

Таблица 1

Распределение мультифрактальных характеристик (MFR) структуры технического железа после лазерной закалки

MFR	ЗО	Переход	ТС	Переход	Основной металл			
	1	2	3	4	5	6	7	8
Δ_{100}	0,498	–0,056	0,288	–0,079	0,227	0,216	0,224	0,277
D_0	1,925	1,909	1,741	1,632	1,700	1,684	1,682	1,678
D_{100}*	1,715	1,875	1,868	1,859	1,852	1,830	1,830	1,831
f_{100}	4,395	2,416	2,720	2,898	2,894	2,826	2,322	2,909
δ^{Ψ}	0,240	0,40	0,393	0,384	0,377	0,355	0,355	0,356
A^{Ψ}	0,450	0,750	0,741	0,724	0,711	0,669	0,669	0,617

* Для кристаллических сред коэффициент Пуассона ν = 0,3.

Таблица 2

Распределение мультифрактальных характеристик (MFR) после лазерного воздействия на сталь 45 с различным исходным состоянием

Исходная структура, до ЛО	Область	MFR						
		Δ_{100}	D_0	D_1	D_{100}	f_{100}	δ^{Ψ}	A^{Ψ}
Отожженная (Ф + П)	ЗО	–0,046	0,982	0,980	1,071	1,063	–0,229	–0,620
	ТС	0,206	1,864	1,863	1,456	0,019	0,156	0,422
		–0,090	1,797	1,795	1,531	2,277	0,231	0,389
		–0,080	1,800	1,776	1,379	2,288	0,079	0,086
	Основной металл	0,224	1,777	1,774	1,333	0,344	0,033	0,078
		0,360	1,941	1,939	1,351	0,017	0,051	0,089
		0,253	1,793	1,790	1,363	0,574	0,063	0,138
		0,255	1,748	1,743	1,341	0,211	0,041	0,112
Объемно-закаленная (М)	ЗО	0,299	1,000	0,998	1,326	0,00	0,026	0,071
	ТС	–0,033	1,602	1,599	1,718	1,974	0,418	1,130
		0,396	2,000	1,998	1,465	0,00	0,165	0,446
	Основной металл	–0,043	1,807	1,805	1,351	0,00	0,051	0,138
		0,315	1,130	1,128	1,495	0,00	0,195	0,528
		0,440	1,920	1,918	1,574	2,323	0,264	0,714
		0,185	2,000	1,998	1,567	0,071	0,267	0,723
		0,363	2,000	1,998	1,533	0,00	0,233	0,630

Обозначения: Ф — феррит; П — перлит; М — мартенсит.

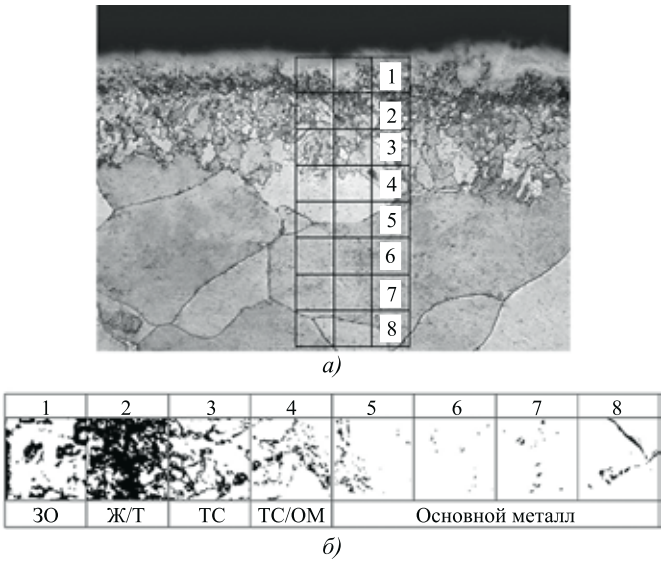


Рис. 1. Разбиение микроструктуры технического железа наложением сетки:

а — микрофотография; *б* — битовое изображение структуры с характерными ячейками размером 20 × 20 мкм, 512 × 512 pix (ЗО — зона оплавления; Ж/Т — зона жидко-твердого состояния; ТС — зона твердого состояния; ОМ — основной металл)

ского железа, подготовленные к мультифрактальному анализу.

Полученные мультифрактальные характеристики позволили оценить подобие (D_0), однородность (f_q), упорядоченность (Δ_q), адаптивность структур (A^{Ψ}), термодинамические условия их формирования (D_q), т. е. отследить структурные изменения в металлической системе, происходящие вследствие внешнего локального лазерного воздействия. На основании полученных расчетных данных, которые приведены в табл. 1 для технического железа и в табл. 2 для стали 45, построены зависимости распределения мультифрактальных характеристик структур сталей после лазерного воздействия по глубине облученных слоев (рис. 2).

На рис. 1 видно, что облученный слой состоит из нескольких характерных зон: зоны оплавления (ЗО) 1, зоны закалки из твердого состояния (ТС) 3 и переходных зон 2, 4.

Установлено, что максимальной размерностью самоподобия D_0 в облученном техническом железе обладает дендритная структура оплавленной зоны, эта же структура имеет и наибольшие значения упорядоченности Δ_{100} и однородности f_{100}, которые снижаются при переходе к исходной структуре металла.

Анализ структурных характеристик, приведенных в табл. 1 и на рис. 2, *б*, показал, что в переходных зонах 2 и 4 наблюдается вырождение (деградация) упорядоченности структуры.

Для сравнения на рис. 2 приведены результаты мультифрактального анализа структуры облученных

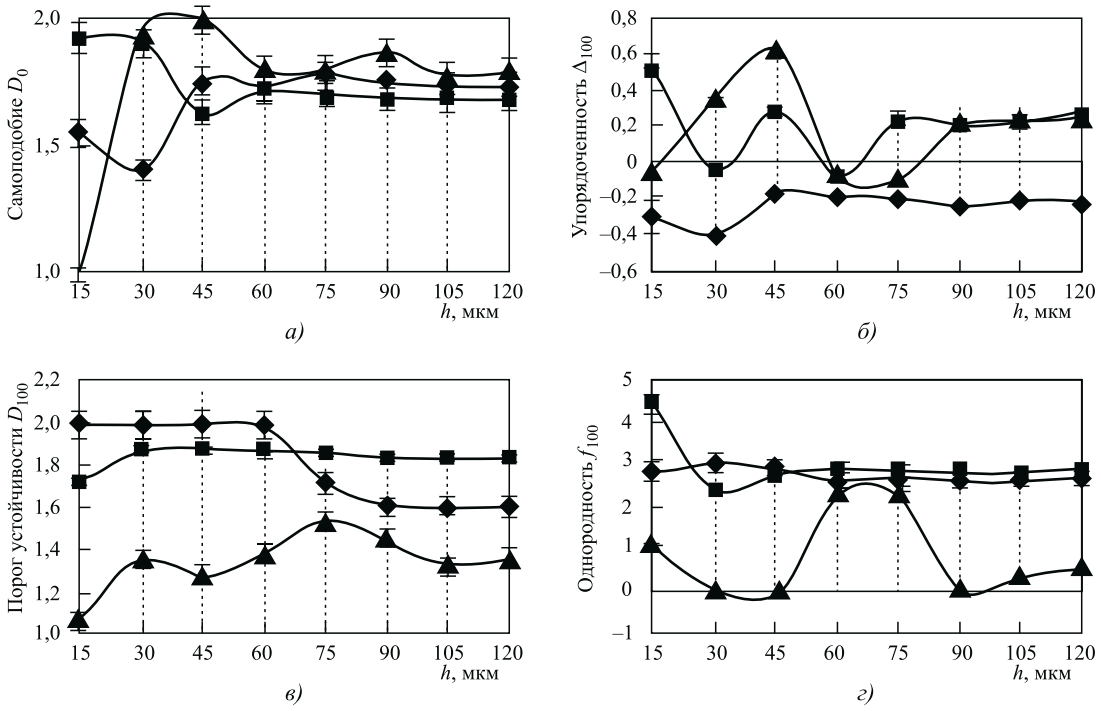


Рис. 2. Распределение основных мультифрактальных характеристик структуры по глубине *h* для железоуглеродистых сплавов после отжига и лазерной закалки:

а — фрактальная размерность (D_0); *б* — степень упорядоченности (Δ_{100}); *в* — термодинамические условия формирования структуры (D_{100}); *г* — однородность структуры (f_{100}); —■— техническое железо; —▲— сталь 45; —◆— У10

зон сплавов с разной исходной структурой: технического железа с ферритной структурой, стали 45 с ферритно-перлитной структурой и У10 со структурой, состоящей из зерен перлита и сетки вторичного цементита.

Установлено, что степень структурной упорядоченности в облученном слое уменьшается с повышением содержания углерода в стали (рис. 2, *б*), минимальные значения наблюдаются для стали У10. Это связано с особенностями ее исходной структуры, с большой протяженностью межфазных границ между зернами перлита и сеткой цементита, который полностью не растворяется при скоростном лазерном нагреве, что и обусловливает минимальное значение фрактальной размерности структуры этой стали.

Мультифрактальный анализ структуры облученных зон железоуглеродистых сплавов с определением структурных параметров Δ_{100}, δ^{Ψ}, A^{Ψ} позволил установить также границы детерминированной самоорганизации (адаптации хаоса), соответствующие переходным участкам 2 и 4. В этих зонах значение параметра упорядоченности $\Delta_{100} \leqslant 0$, что является показателем вырождения упорядоченности структуры облученных сплавов в переходных зонах и неспособности такой структуры к самовосстановлению. В указанных зонах протекают процессы гипернеравновесной фазовой перекристаллизации сплавов в условиях сверхбыстрого нагрева и охлаждения.

Тестирование адаптационных свойств структуры проводили при выполнении следующих условий: если $1{,}3 \leqslant D_{100} \leqslant 1{,}475$, то значения разреженности находятся как $\delta^{\Psi} = D_{100} - 1{,}3$, а значения адаптивности — как $A^{\Psi} = \delta^{\Psi}/0{,}37$; если $1{,}67 \leqslant D_{100} \leqslant 1{,}89$, то $\delta^{\Psi} = D_{100} - 1{,}475$, а $A^{\Psi} = \delta^{\Psi}/0{,}53$ [4, 5]. Как известно, адаптация структуры к внешнему воздействию происходит путем перестройки мультифрактальных множеств при достижении условий Ф-симметрии.

Полученные значения адаптивности A^{Ψ} для технического железа, как видно на рис. 3, минимальны в оплавленной зоне 1, резко возрастают в зоне мелкого зерна 3 и затем плавно снижаются к основному металлу в зонах 4—8. Это является показателем высокой способности структуры зоны закалки из твердого состояния к самоорганизации (алаптации) при внешнем температурно-силовом нагружении.

Проведенный анализ адаптивности структуры поверхностного слоя материала после лазерного облучения позволил объяснить ход кривых изменения твердости по глубине облученных зон (рис. 3). Видно, что зоны, обладающие высокой однородностью, упорядоченностью и минимальной адаптивностью, имеют наиболее высокую твердость и устойчивость к внешним силовым воздействиям. С увеличением разупорядоченности структуры твердость по глубине слоя несколько снижается, но вместе с тем возрастает степень ее адаптивности к внешним температурно-силовым воздействиям на облученный металлический материал.

На примере стали 45 была проведена оценка влияния исходного структурного состояния на строение и свойства сплавов после ЛО. Для этого проводили мультифрактальный анализ микроструктур стали 45 до и после ЛО в отожженном и объемно-закаленном состояниях. Распределение мультифрактальных характеристик после лазерного воздействия на сталь 45 с различным исходным состоянием приведено в табл. 2. Хорошо заметна тенденция увеличения фрактальной размерности структуры в облученном слое у стали с более дисперсным исходным строением. Также наблюдается рост значений однородности и степени упорядоченности исследуемой структуры в зоне ТС для стали 45 с исходной мартенситной структурой.

На основании полученных значений MFR для стали 45 с различной исходной структурой построены кривые изменения адаптивности A^{Ψ} и микротвердости H металла по глубине облученных зон (рис. 4), характеризующие эволюцию развития адаптационных и механических свойств структуры в процессе лазерного воздействия в зависимости от исходного структурного состояния стали и размера структурных элементов в облученных зонах. Видно, что облученный слой стали 45 обладает наиболее высокими адаптационными свойствами и твердостью, если исходной, до ЛО, была объемно-закаленная мартенситная структура. Схожая тенденция распределения мультифрактальных характеристик после ЛО наблюдается и для стали У10 (рис. 5). Лучшими адаптационными характеристиками, как и в случае со сталью 45, обладает объемно-закаленная структура.

Сравнивая результаты анализа, приведенные на рис. 4 и 5, следует отметить разный ход кривых адаптивности структуры на сталях с разным содержанием углерода после объемной и поверхностной лазерной закалки. Так, зона закалки из твердого состояния на стали 45 обладает и высокой твердостью, и высокой адаптивностью (приспосабливаемостью) к внешним температурно-силовым воздействиям, а облученный слой на стали У10 при высокой твердости имеет низкую адаптивность структуры, т. е. способен сохранять свои свойства при внешнем нагружении достаточно продолжительное время.

Таким образом, появляется возможность исходя из полученных значений адаптивности и свойств металла подобрать марку стали и тот или иной технологический режим лазерной обработки поверхности изделий, обеспечивающий либо устойчивость к внешнему температурно-силовому нагружению (минимальную адаптивность), либо приспосабливаемость к нему за счет структурно-фазовых превращений (максималь-

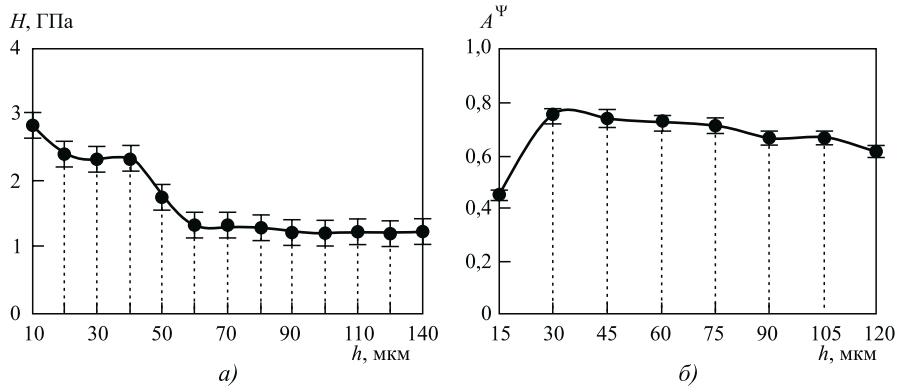


Рис. 3. Распределение значений микротвердости *H* (*а*) и адаптивности A^{Ψ} структуры (*б*) технического железа по глубине облученного слоя *h*

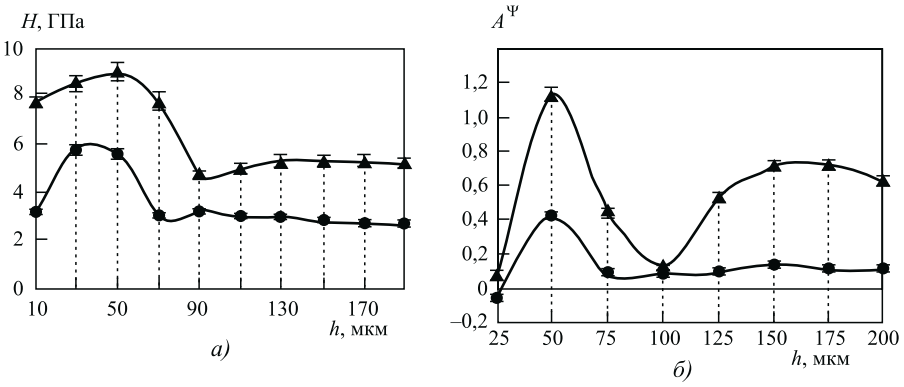


Рис. 4. Изменение микротвердости *H* (*а*) и адаптивности A^{Ψ} структуры (*б*) стали 45 по глубине облученного слоя *h*:

● — исходная отожженная структура; ▲ — исходная структура после объемной закалки

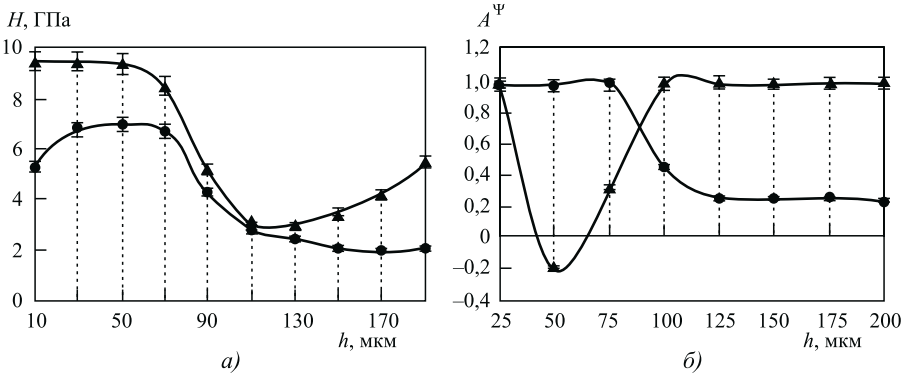


Рис. 5. Твердость (*а*) и адаптивность (*б*) стали У10 по глубине облученного слоя:

● — исходная отожженная структура; ▲ — исходная структура после объемной закалки

ную адаптивность). При этом выбор задается условиями эксплуатации облученных изделий. В частности, для металлообрабатывающего инструмента желательна высокая стабильность структуры при нагружении, а для деталей, работающих в условиях трения при умеренных нагрузках, — приспосабливаемость структуры к температурно-силовым нагрузкам.

Подтверждением являются построенные фрактальные карты адаптации облученного металла в зависимости от его структурного состояния (рис. 6). Таким образом, проведенный анализ выявил взаимосвязь исходной структуры с динамической и эволюционирующей при лазерном воздействии структурой и показал возможность введения ее количественной характери-

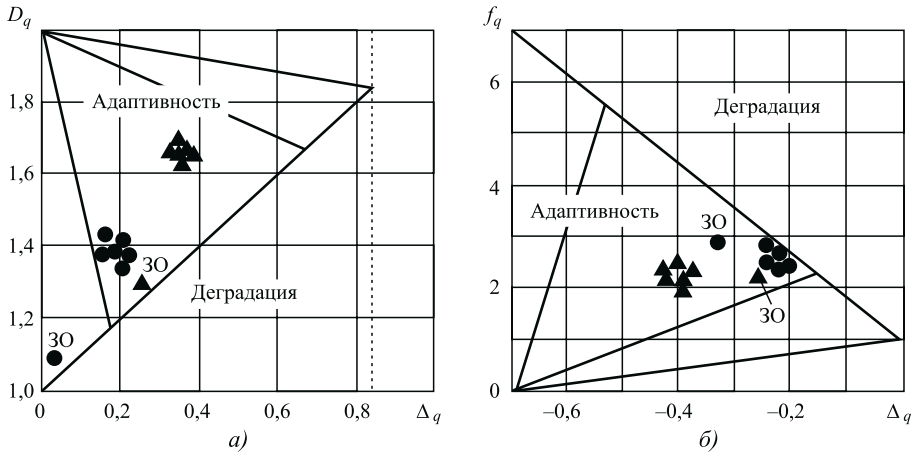


Рис. 6. Фрактальные карты адаптации для сталей в зависимости от состояния исходной структуры до ЛО:

а — сталь 45; *б* — сталь У10; ● — исходная отожженная структура; ▲ — исходная структура после объемной закалки; ЗО — зона оплавления

стики в виде фрактальной размерности. Это позволяет прогнозировать степень однородности, адаптации или устойчивости облученной структуры к внешним температурно-силовым воздействиям в разных условиях эксплуатации.

Заключение

Полученные результаты расчета основных мультифрактальных характеристик исследуемых структур позволяют сделать следующие выводы:

1. Степень упорядоченности Δ_{100} — термин, используемый для оценки относительного порядка расположения информационных элементов (зерен, субзерен и др.) в исследуемой структуре, — имеет максимальные значения в зоне оплавления технического железа или сталей с исходной мартенситной структурой. Самые низкие значения Δ_{100} наблюдаются в зоне ТС стали У10, если она подвергалась лазерному воздействию в отожженном состоянии.

2. Однородность f_{100} структуры зоны оплавления максимальна в техническом железе и имеет высокие значения в стали с исходной мартенситной структурой. Однородность зоны ТС облученного слоя имеет самые высокие значения для стали, которая до ЛО находилась в объемно-закаленном состоянии.

3. Значения показателя порога устойчивости D_{100}, или термодинамических условий формирования структуры, максимальны в зоне ТС для сталей, которые до ЛО имели мартенситную структуру.

4. Показатель адаптивности A^{Ψ} облученного металла, т. е. степень устойчивости структур к внешнему воздействию, зависит от исходного состояния и содержания углерода в стали.

Адаптивность, т. е. приспосабливаемость, достигает высоких значений, если сталь до лазерной обработки подвергалась объемной закалке. Причем на стали 45 адаптивность зоны ТС выше, чем ЗО, а на стали У10, наоборот, адаптивность выше в ЗО.

Таким образом, проведенная количественная оценка и анализ параметров структуры облученных сталей позволяют обоснованно выбирать марку стали и назначать режимы предварительной объемной и лазерной закалки в целях получения заданных условиями эксплуатации свойств поверхностных слоев изделий различного функционального назначения: устойчивых к нагрузкам или адаптируемых к ним.

Результаты мультифрактального анализа поверхностных слоев сталей после лазерной обработки нашли подтверждение при практическом использовании облученных изделий из конструкционных и инструментальных сталей.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Золотухин И.В., Калинин Ю.Е., Стогней О.В.** Новые направления физического материаловедения. Воронеж, ВГУ, 2000. 360 с.

2. **Синергетика** и фракталы в материаловедении / В.С. Иванова, А.С. Баланкин, И.Ж. Бунин, А.А. Оксогоев. М.: Наука, 1994. 383 с.

3. **Бледнова Ж.М., Махутов Н.А., Чаевский М.И.** Поверхностное модифицирование материалами с эффектом памяти формы. Краснодар: Издат. дом "Юг", 2009. 354 с.

4. **Иванова В.С., Встовский Г.В., Колмаков А.Г.** Мультифрактальный метод тестирования устойчивости структур материала. Москва, НОЦ ИМиМ им. Байкова РАН, 2000. 56 с.

5. **Встовский Г.В., Колмаков А.Г., Бунин И.Ж.** Введение в мультифрактальную параметризацию структур материалов. Ижевск, НИЦ Регулярная и хаотическая динамика, 2001. 39 с.

УДК 621.792.3

В.Н. Гадалов, О.В. Винокуров, О.А. Бредихина, Ю.В. Скрипкина, С.В. Шеставина
(Юго-Западный государственный университет, г. Курск)
E-mail: olga_bredihina_a@mail.ru

Исследование кинетики процесса формирования локальным электроискровым нанесением покрытия, его структуры и фазового состава на спеченном сплаве ОТ4, полученном из отходов металлообработки

Исследованы структура, фазовый состав и свойства электроискровых покрытий из сплава ПГ-12Н-03 системы Ni—Cr—Si—B—C на сплаве ОТ4.
Ключевые слова: *электроискровое покрытие, титановый сплав, фазовый состав.*

Structure, phase structure and properties of electrospark coverings from alloy PG-12N-03 of system Ni—Cr—Si—B—C on alloy OT4 were investigated.
Keywords: *electrospark covering, titanium alloy, phase structure.*

На подложку из спеченного титанового сплава, полученного методом электроэрозионного диспергирования (ЭЭД) [1—3] из отходов металлообработки промышленного титанового сплава ОТ4, было нанесено самофлюсующее электроискровое покрытие (ЭП) системы Ni—Cr—Si—B—C, близкое по составу к порошковому сплаву ПГ-12Н-03, % ат.: 15 Cr; 4 Fe; 3 B; 1,5 Si; 1,5 C; Ni — остальное. Покрытия наносили методом электроискрового легирования (ЭИЛ) [3] на оптимизированном режиме, обеспечивающем достаточную эрозию электродного материала.

При нанесении ЭП на порошковые титановые сплавы следует учитывать их особенности, обусловленные прежде всего пористостью основы. С увеличением пористости материала связана возможность образования пропитанной поверхностной зоны с легко сплавляющимися составляющими. Более высокое значение удельной поверхности спеченного материала создает опасность окисления при нагреве, что может привести к охрупчиванию материала основы и ухудшению смачиваемости с ним защитного слоя. Для установления влияния указанных факторов на процесс формирования и свойства ЭП были проведены исследования структуры. Металлографическими исследованиями установлено, что при ЭИЛ — локальном электроискровом нанесении покрытия (ЛЭНП) самофлюсующимися сплавами на основе никеля на спеченные титановые сплавы из порошков, полученных ЭЭД из отходов металлообработки титанового сплава ОТ4 методом ЭЭД, изменения структуры и состава переходной зоны более существенны, чем при ЛЭНП на компактные титановые сплавы.

Общее представление о кинетике формирования на установке ЭЛФА-541 покрытий спеченного сплава ОТ4 самофлюсующимися сплавами на никелевой основе системы Ni—Cr—Si—B—C типа ПГ-12Н-03 дают данные, приведенные на рис. 1, 2.

На рис. 1 видно, что суммарная эрозия исследуемых материалов с ростом времени легирования изменяется по нелинейному закону. Временны́е зависимости эрозии этих сплавов уменьшаются уже после трех минут легирования и стабилизируются при удельной длительности легирования $\tau_{уд} \geqslant 8...10$ мин/см^2 (рис. 2). Такая зависимость обусловлена тем, что при ЛЭНП длительностью 2...3 мин/см^2 эрозия материала легирующего электрода определяется исходным состоянием, которое соответствует физико-химическим свойствам материала легирующего электрода. С увеличением длительности легирования за счет обратного переноса материала с легируемой поверхности (подложки — катода) на электрод (деталь — анод), на поверхности последнего возникает слой измененной структуры (не исходный материал), который получил название вторичной структуры [4]. Эта структура до полного расхода легирующего электрода является истинным объектом эрозии, оказывающим существенное влияние на формирование ЭП. Вторичная структура возникает за счет воздействия межэлектродной фазы, импульсных термомеханических нагрузок искрового разряда и обратного переноса материала (с катода на анод). Превалирующее влияние одного из перечисленных факторов определяет вид кинетической эрозии и в конечном счете — условия формирования измененного поверхностного слоя покрытия. Влияние вторичной структуры на формирование покрытия неоднозначно, но, как

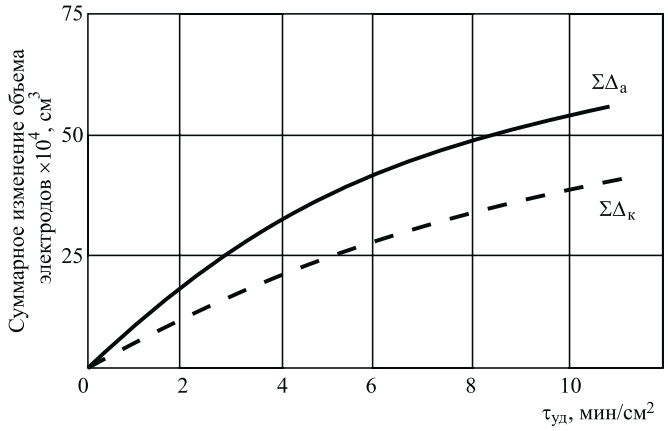


Рис. 1. Влияние удельного времени нанесения покрытия $\tau_{уд}$ на суммарное изменение объема анода $\Sigma\Delta_а$ и катода $\Sigma\Delta_к$ при локальной электроискровой обработке порошкового сплава ОТ4 электродом из самофлюсующегося сплава системы Ni—Cr—Si—B—C типа ПГ-12Н-03

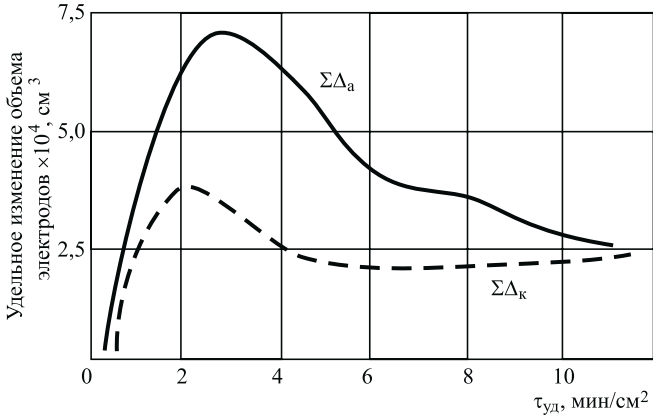


Рис. 2. Влияние удельного времени нанесения покрытия $\tau_{уд}$ на эрозию анода $\Delta_а$ и катода $\Delta_к$ при локальной электроискровой обработке порошкового сплава ОТ4 электродом из самофлюсующегося сплава системы Ni—Cr—Si—B—C типа ПГ-12Н-03

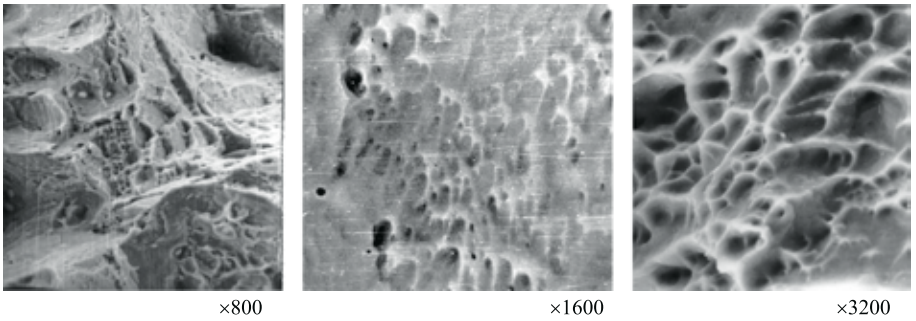


Рис. 3. Электронные фрактограммы вторичной структуры анода после ЛЭНП: катод — спеченный сплав ОТ4; анод — самофлюсующийся сплав системы Ni—Cr—Si—B—C типа ПГ-12Н-03

правило, при ЛЭНП металлами и сплавами вторичная структура увеличивает суммарный привес катода. Внешние термомеханические воздействия неизменно приводят к разрушению вторичных структур, которое происходит преимущественно в подслое с явными признаками пластической деформации (рис. 3).

Ударно-тепловое воздействие разряда ускоряет диффузионные процессы, а также фазовую и динамическую перекристаллизацию материалов, что приводит к повышению уровня механических свойств вторичной структуры по сравнению с материалом основы. Возникающая вторичная структура имеет повышенную микротвердость (8... 10 ГПа). Импульсные тепловые и механические нагрузки и сопровождающие процессы переноса материала с катода и из межэлектродной среды обеспечивают регенерацию экранирующей фазы на аноде.

Материал электродов, режим обработки, состав межэлектродной фазы влияют на характер структуры поверхности анода после ЭИЛ, в частности ЛЭНП. По существу, на подложку переносится не исходный легирующий сплав, а сложный композиционный материал, образовавшийся в результате воздействия на него искровых разрядов, межэлектродной среды и обратного массопереноса [5—7].

При ЛЭНП большое значение имеет смачиваемость катода жидкофазной составляющей материала анода. В связи с этим мы исследовали продукты эрозии, полученные в процессе ЛЭНП на спеченном сплаве ОТ4. Соотношение жидкой и твердой фаз в продуктах эрозии составляет 73...75 и 25...27 % соответственно.

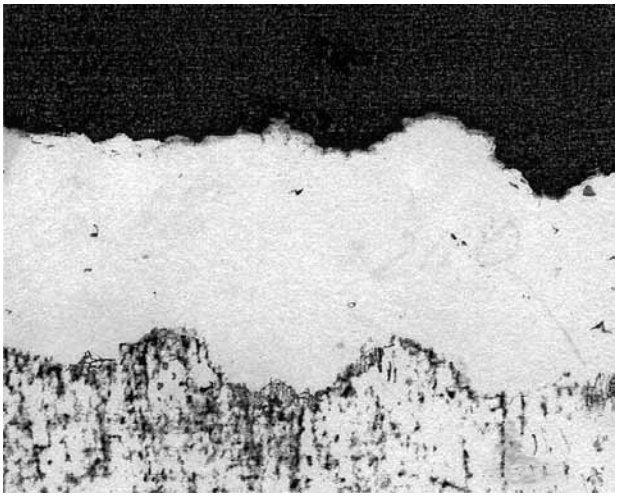
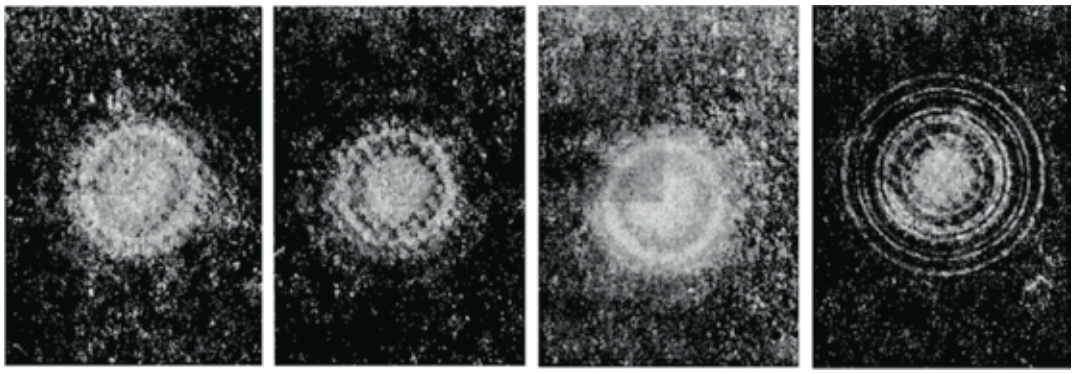


Рис. 4. Микроструктура композита (× 240)



а) *б)* *в)* *г)*

Рис. 5. Электронограммы с электроискровых покрытий, полученных методом ЛЭНП, нагретых до температур, °С:
а — 740 °С; *б* — 690 °С; *в* — 640 °С; *г* — 440 °С

Размер частиц твердой фазы 20...760/75 мкм, а жидкой 6...76/13 мкм (в знаменателе преобладающий размер частиц (> 50 %)).

Микроструктурные исследования композита (рис. 4) подтверждают высокую сплошность ЛЭНП из сплава системы Ni—Cr—Si—B—C типа ПГ-12Н-03 на подложке из спеченного сплава ОТ4.

Исследование фазового состава ЛЭНП из сплава ПГ-12Н-03 на ЭЭД-сплаве ОТ4. В процессе электроискровой обработки происходят быстрое расплавление электродного материала и сверхбыстрое охлаждение расплава в слоях толщиной 5...25 мкм. Как было уже указано, это создает предпосылки для образования метастабильных кристаллических и аморфных фаз. Присутствие аморфных и кристаллических фаз подтверждается методом просвечивающей электронной микроскопии. На отдельных микродифракционных картинках от тонких фольг, полученных электрохимической полировкой покрытий, отсутствуют четкие дифракционные максимумы. Наблюдаются лишь достаточно интенсивно размытое кольцо вокруг неотклоненного пучка электронов, а также второе и третье еще более размытые кольца значительно меньшей интенсивности, что характерно для аморфных материалов. Аморфные участки имели диаметр 2...3,5 мкм, внутри них присутствовали кристаллы размером 0,1...0,3 мкм часто шаровидной формы. Это подтверждается наличием соответствующих линий на рентгенограммах, полученных методом косых съемок. Последнее позволяет сделать вывод, что частичная кристаллизация аморфной фазы происходит непосредственно в процессе ЛЭНП за счет многократных термических воздействий при каждом элементарном акте переноса материала.

Электроискровые слои сохраняют аморфную структуру и мелкокристаллическое строение и после длительных высокотемпературных отжигов (рис. 5). После отжига при 640...740 °С в течение 4 ч обнаружены белые слоистые прослойки с размером зерна 0,25...0,5 мкм. В то же время отдельные свойства электроискровых покрытий, в частности коррозионные характеристики, изменяются при более низких температурах, что обусловлено распадом метастабильных фаз. Так, перенасыщенный γ-твердый раствор при нагреве распадается с выделением дополнительного количества борида NiB, который также распадается при дальнейшем нагреве. Калориметрически установлено, что избыточная фаза растворяется при ≈ 500 °С, а распад завершается при ≈ 400 °С. По данным электрохимических исследований, обнаружено, что после распада пересыщенного γ-твердого раствора и аморфной фазы при температуре ≈ 400 °С на анодной поляризационной кривой сплава с покрытием наблюдается резкое повышение тока активного растворения.

Таким образом, проведенные исследования показали, что в результате электроискровой обработки самофлюсующимися сплавами типа ПГ-12Н-03, близкого по составу $NiCr_{15}Fe_4Si_4B_3C_{1,5}$, на поверхности изучаемого спеченного сплава происходят существенные изменения, характеризуемые образованием белого слоя с микрокристаллической структурой, сложного и неоднородного по составу, содержащего метастабильные кристаллическую и аморфную фазы. Соотношение объемного содержания этих фаз в основном определяется химическим составом электродного материала и в меньшей степени зависит от условий технологии. Присутствие этих фаз оказывает существенное влияние на физико-механические свойства электроискровых покрытий.

Выявлен главный структурный фактор — аморфная фаза, обеспечивающая повышение износостойкости и коррозионных характеристик полученных композитов. Количество аморфной фазы зависит от состава электродного материала и в меньшей степени от технологических параметров ЛЭНП. Использование полученных композитов в условиях абразивного изнашивания подтвердило повышение их долговечности в 1,5...1,7 раза.

Как было отмечено выше, центральным вопросом при электроискровом легировании является формирование упрочняющего слоя. Качественную оценку прочно-

сти легированных слоев проводят по величине нормальной нагрузки, вызывающей разрушение покрытия при скольжении сферического или пирамидального алмазного индентора. Разрушение упрочняющего слоя фиксируют по сколам и трещинам в краях канавки, образованной при скольжении индентора, и наблюдаемых с помощью оптического микроскопа. Такой косвенный метод не позволяет получить истинные значения характеристик, определяющих сцепление и прочность покрытий, но удобен для сравнительной оценки и дает возможность качественно оценить их адгезионную прочность [8].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Исследование** быстрозакристаллизованных порошков на основе титана и никеля, полученных электроэрозионным диспергированием, возможности их компактирования / В.Н. Гадалов, С.В Сафонов, А.А. Толкушев и др. М.: АРГАМАК-МЕДИЭ. 2015. 119 с.
2. **Петридис А.В., Винокуров О.В.** Особенности получения и свойства порошков титановых сплавов при электроэрозионном диспергировании отходов металлообработки // Технология металлов. 2006. № 8. С. 19—22.
3. **Металлография** металлов, порошковых материалов и покрытий, полученных электроискровыми способами / В.Н. Гадалов, В.Г. Сальников, Е.В. Агеев и др. М.: ИНФРА-М. 2001. 468 с.
4. **Верхотуров А.Д., Подчерняева И.А., Куриленко Л.Н.** Формирование вторичной структуры на аноде в процессе электроискрового легирования // Электронная обработка материалов. 1987. № 1. С. 26—32.
5. **Влияние** свойств карбидов на эрозионную стойкость в режимах электроискровой обработки / Г.В. Самсонов, И.М. Муха, А.Д. Верхотуров и др. // Порошковая металлургия. 1977. № 3. С. 55—59.
6. **Намитоков К.К.** Об агрегатном состоянии, составе и строении продуктов электрической эрозии металлов // Физические основы электроискровой обработки материалов. М.: Наука, 1966. С. 86—107.
7. **Золотых В.Н., Коробова И.Д., Стрыгин Э.М.** О роли механических факторов в процессе эрозии в импульсном разряде // Физические основы электроискровой обработки материалов. М.: Наука, 1966. С. 63—73.
8. **Использование** метода склерометрии для оценки металлов и сплавов с электрофизическими покрытиями / В.Н. Гадалов, О.А. Бредихина, Ю.П. Камышников и др. // Сб. матер. 6-й Междунар. науч.-техн. конф. "Новые материалы и технологии в машиностроении". Брянск, БГИТА. 2006. С. 10—14.

УДК 621.791.927

В.А. Лебедев, С.Ю. Максимов, И.В. Лендел (*Институт электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины, г. Киев*),
О.А. Козырко *(ООО "ДМТ"Продакшн", г. Николаев, Украина)*
E-mail: lebedevvladimir@ukr.net

Трибологические свойства металла, наплавленного с использованием управляемой импульсной подачи электродной проволоки

Рассматривается способ механизированной дуговой наплавки с применением управляемой импульсной подачи электродной проволоки. Отмечается, что использование управляемой импульсной подачи позволяет существенно влиять на характеристики наплавленного слоя, в частности на повышение износостойкости упрочняемых или восстанавливаемых узлов и деталей. Показана зависимость степени износа наплавленного слоя от параметров импульсной подачи и режимов дугового процесса. Рассмотрены механизмы формирования наплавленного слоя с повышенной износостойкостью при применении импульсной подачи электродной проволоки.

Ключевые слова: *механизированная наплавка, электродная проволока, импульсная подача, управление, характеристики, износ, исследование.*

In this paper a method of mechanized arc welding using a controlled pulsed wire feed. It is noted that the use of a controlled pulsed supply can significantly affect the performance of welded words, in particular improve the wear resistance hardened or restore units and parts. The tables and graphs that show the degree of deterioration of the deposited layer, depending on the parameters and modes of pulsing arc process. The mechanisms of formation of the deposited layer with high wear resistance when using pulsed wire feed.

Keywords: *mechanized welding, welding wire, pulsing, control, characteristics, wear, study.*

Восстанавливающая или упрочняющая наплавка, выполняемая с помощью дугового механизированного или автоматического оборудования с использованием электродной проволоки, — один из наиболее эффективных способов получения нового качества узлов и деталей или восстановления на новом прочностном уровне их свойств после эксплуатации. Большое число рабочих органов машин и механизмов, работающих в условиях трения (траки гусеничных машин, обрабатывающие орудия сельскохозяйственных машин, узлы горно-добывающей, горно-перерабатывающей техники, штамповый инструмент и др.), нуждаются в восстанавливающей наплавке вследствие износа или упрочняющей наплавке для сокращения интенсивности износа [1].

В последнее время все более значительные усилия направляются на повышение эффективности наплавки — минимизацию энерго- и ресурсозатрат, которые оказывают значительное влияние на экономические характеристики выполняемых работ. В этих целях используются различные электродные материалы и способы наплавки. Следует отметить, что использованию электродных материалов с определенными свойствами, позволяющих достичь высокие результаты, уделяется наибольшее внимание [2], хотя ведутся работы и по другим направлениям выполнения наплавки, среди которых необходимо отметить применение модуляции режимов дугового процесса, например за счет периодического изменения скорости подачи электродной проволоки с заданными параметрами [3], или колебательного движения сварочной горелки относительно направления наплавки, что должно позволить как увеличить производительность процесса, так и повлиять на структуру металла наплавленного слоя [4].

Цель работы — изучение возможностей применения способа наплавки с управляемой импульсной подачей электродной проволоки для повышения качества наплавленного слоя в части увеличения его износостойкости при работе в условиях интенсивного трения.

Для трибологических исследований использовали процесс наплавки в углекислом газе электродной проволокой типа 30ХГСА диаметром 1,2 мм с импульсной подачей, позволяющей регулировать параметры (частоту, скважность) в пределах заданной интегральной скорости движения. Процесс реализовывали с помощью механизма импульсной подачи с использованием компьютеризированного вентильного безредукторного электропривода [5]. Преимуществами этого нового типа оборудования являются высокое быстродействие, возможность управления параметрами импульсного движения электродной проволоки: частотой, амплитудой, скважностью (соотношением цикла импульсной подачи и длительности самого импульса, шагом), возможность реверсирования движения электрода в цикле импульсной подачи.

В качестве источника сварочного тока применяли ВДУ-506, механизма перемещения — сварочный трактор ТС-17 со скоростью наплавочного движения 20 м/ч и вылетом электрода в пределах 12 мм. Наплавку производили на пластины из стали Ст3 толщиной 12 мм для пятислойной наплавки и 16 мм для однослойной наплавки.

Принимая во внимание полученные ранее результаты по влиянию импульсной подачи электродной проволоки на геометрические параметры валика наплавленного металла и потери электродного металла [6], проведя оптимизацию параметров импульсной подачи, а также учитывая рабочие (рекомендуемые) силу тока и напряжение для процесса наплавки проволокой 30ХГСА, наплавки валиков выполняли системно на режимах, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Параметры процесса наплавки (ток наплавки I = 220 А; напряжение наплавки U = 25 В)

Номер образца	Частота f, Гц	Скважность S	Число слоев наплавки n
1	1	1	1
2	20	5	1
3	60	5	1
4	15	3	1
5	60	3	1
6	1	1	5
7	20	5	5
8	60	5	5
9	15	3	5
10	60	3	5

По параметрам, указанным в табл. 1, были выполнены однослойные и пятислойные наплавки. Для проведения испытаний на износостойкость из наплавленных пластин были изготовлены по три образца.

Износостойкость слоев исследовали на машине трения при истирании по схеме "ролик—колодка" с нагрузкой 100 Н. Материал контртела (ролика) — сталь 45. Координаты лунки определяли с помощью большого инструментального микроскопа Carl Zeiss Jena.

На рис.1 представлены образцы с характерными лунками на поверхности, полученные из пластин после однослойной наплавки при постоянной и импульсной подаче электродной проволоки с частотой f = 20 Гц и скважностью S = 5.

Средние по трем результатам испытаний значения интенсивности изнашивания для режимов, представленных в табл. 1, приведены в табл. 2. По данным табл. 2 построен график изменения интенсивности изнашивания в зависимости от частоты, скважности и числа наплавленных слоев (рис. 2).

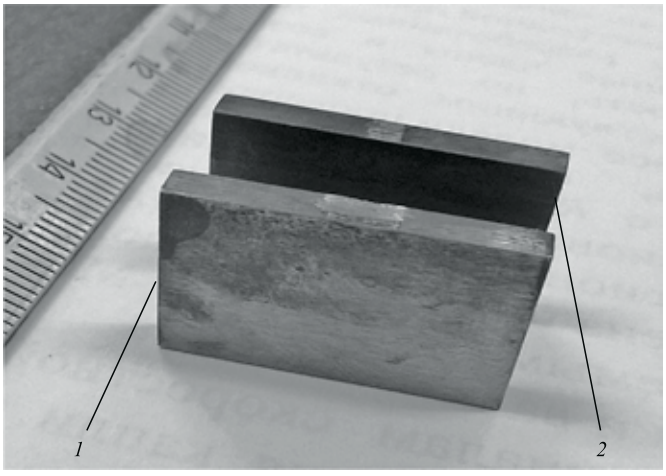


Рис. 1. Наплавленные образцы после трибологических испытаний: *1* — при обычной подаче; *2* — при импульсной подаче

Таблица 2

Темп износа образцов

Номер образца (см. табл. 1)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Интенсивность изнашивания, мм³/км	7,3	4,2	6,6	3,8	5,8	3,9	2,7	3,3	3,2	3,6

Полученные результаты показывают существенное влияние импульсной подачи электродной проволоки на интенсивность изнашивания исследуемых образцов. Снижение интенсивности изнашивания объясняется, в первую очередь, снижением глубины проплавления основного металла и, как следствие, уменьшением разбавления наплавленного металла основным. Это особенно заметно при однослойной наплавке с частотой 15 Гц и скважностью 3, интенсивность изнашивания которой выходит на уровень пятислойной наплавки при постоянной подаче электродной проволоки. Увеличение частоты импульсной подачи электродной проволоки приводит к увеличению интенсивности изнашивания. Очевидная корреляция между глубиной проплавления, степенью разбавления наплавленного металла и интенсивностью изнашивания подтверждается также зависимостями, полученными ранее при изучении влияния импульсной подачи электродной проволоки на геометрические параметры валика наплавленного металла. Эти исследования показали, что увеличение частоты импульсной подачи электродной проволоки до 60 Гц увеличивает глубину проплавления основного металла практически до уровня аналогичного режима с постоянной подачей, а при частоте 10 Гц глубина проплавления минимальна. Наблюдаемое незначительное снижение интенсивности изнашивания образцов, полученных при пятислойной наплавке с импульсной подачей электродной проволоки, по сравнению с постоянной подачей электродной проволоки дополнительно можно объяснить увеличением количества легирующих элементов, переходящих в наплавленный металл (снижением их выгорания), и уменьшением балла зерна, структуризацией наплавленного металла, что также наблюдается при использовании импульсной подачи электродной проволоки.

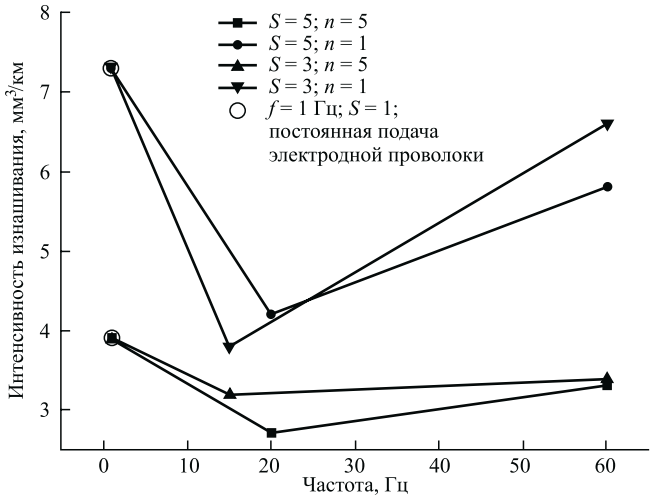


Рис. 2. Зависимость интенсивности изнашивания образцов от частоты, скважности импульсов подачи и числа слоев наплавки

Необходимо также отметить, что результаты, полученные при определенных, заранее выбранных параметрах процесса наплавки и импульсной подачи электродной проволоки, можно рассматривать как оптимальные, так как они учитывают ряд характеристик процесса, включая формирование наплавленного валика, потери электродного металла и др.

Выводы

1. Выполненный цикл исследований по изучению влияния управляемой импульсной подачи электродной проволоки на износостойкость наплавленного слоя металла позволил установить, что в диапазонах частот импульсов от 15 до 60 Гц и скважности от 3 до 5 существенно снижается интенсивность изнашивания наплавленного металла.

2. Использование импульсной подачи электродной проволоки при частоте импульсов 15...20 Гц и скважности 3...5 дает возможность уже в первом слое получить износостойкие характеристики, аналогичные характеристикам при пятислойной наплавке с постоянной скоростью подачи электродной проволоки, при этом износостойкость повышается практически в 2 раза при однослойной наплавке и в 1,5 раза при пятислойной.

3. Существенное повышение износостойкости наплавленного металла при выбранных параметрах импульсной подачи электродной проволоки базируется на нескольких эффектах, основными из которых являются: уменьшение разбавления электродного слоя и структуризация металла наплавленного (рабочего) слоя.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Рябцев И.А.** Наплавка деталей машин и механизмов. Киев: Экотехнология, 2004. 160 с.

2. **Лебедев В.А., Мозок В.М.** Повышение ресурса быстроизнашиваемых деталей за счет гетерогенной наплавки (обзор разработанных и реализованных технологических решений) // Тяжелое машиностроение. 2013. № 1. С. 14—18.

3. **Лебедев В.А., Тищенко В.А.** Управление механизированной наплавкой штампового инструмента с модуляцией режима // Сварочное производство. 2011. № 8. С. 30—33.

4. **Макара А.М., Кушниренко Б.Н.** Поперечные перемещения дуги как фактор улучшения структуры и свойств сварных соединений // Автоматическая сварка. 1967. № 1. С. 30—35.

5. **Лебедев В.А., Рымша В.В., Радимов И.Н.** Современные вентильные электроприводы в системах механизированного сварочного оборудования // Електромашинобудування та Електрообладнання. Вип. 74. Київ: Техніка, 2009. С. 22—24.

6. **Использование** механических импульсов для управления процессами автоматической и механизированной сварки плавящимся электродом / Б.Е. Патон, В.А. Лебедев, И.В. Лендел, С.Ю. Полосков // Сварка и диагностика. 2013. № 6. С. 16—20.

УДК 621.762

С.И. Богодухов, Е.С. Козик, Е.В. Свиденко
(Оренбургский государственный университет)
E-mail: ogu@mailgate.ru

Влияние химико-термической обработки на износостойкость спеченных твердых сплавов

Проведены исследования по выявлению влияния процесса карбонитрации спеченных твердых сплавов марки Т15К6 и ВК8 на формирование структуры диффузионных слоев и эксплуатационные характеристики. Определена зависимость процесса карбонитрации на микротвердость, износ при резании, микроструктуру, параметры тонкой структуры твердых сплавов марки Т15К6 и ВК8.
Ключевые слова: *твердый сплав, карбонитрация, микротвердость.*

In this work we conducted research to identify the impact of carbonitrile sintered hard alloys brand T15K6 and VK8 for the forming of the diffusion layers and operational characteristics. The dependence of the process of carbonitrile on microhardness, wear during cutting, the microstructure, the parameters of the fine structure of hard alloys brand T15K6 and VK8.
Keywords: *hard alloy, carbonitrile, microhardness.*

Введение

В настоящее время применяется достаточно много методов термической и химико-термической обработки, приводящих к улучшению свойств металлообрабатывающего инструмента. Вопросам термической и химико-термической обработки (ионному азотированию, карбонитрации, цианированию, обработке паром) твердых сплавов в технической литературе уделено много внимания [1—4]. Однако кроме вопросов улучшения эксплуатационных свойств твердых сплавов после химико-термической обработки, сложности, длительности и экологической безопасности данных процессов актуальными остаются вопросы формирования структуры диффузионных слоев при карбонитрации и ее влияния на интенсивность изнашивания спеченных твердых сплавов марки Т15К6 и ВК8.

Цель работы — проведение исследований по выявлению влияния процесса карбонитрации спеченных твердых сплавов марок Т15К6 и ВК8 на формирование диффузионных слоев и эксплуатационные характеристики.

Методика исследований

Для исследования использовали пластины спеченных твердых сплавов марок Т15К6 и ВК8 (ГОСТ 3882—74), предназначенные для точения (рис. 1). Испытаниям на изгиб подвергали штабики размером 5 × 5 × 35 мм из сплавов Т15К6 и ВК8 (Кировградского завода твердых сплавов).

Карбонитрацию проводили в ОАО "Завод бурового оборудования" (Оренбург) на технологической линии карбонитрации в расплавленных солях, состо-

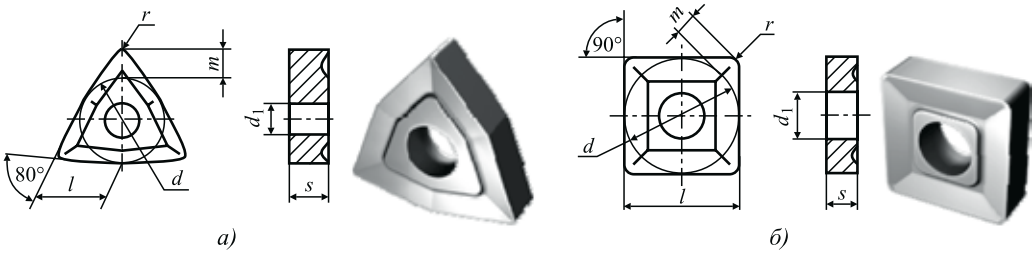


Рис. 1. Пластины из спеченных твердых сплавов Т15К6 (*а*) и ВК8 (*б*)

ящих из цианата калия KOCN (ТУ 6-09-1109—75) — 85...95 %, карбоната калия (поташа) K_2CO_3 (ГОСТ 4221—76) — 5...15 %, в ваннах в среде: цианат калия KOCN — 85...90 %, поташ K_2CO_3 — 10...15 %. Температура составляла 560 °С; время — 90 мин; охлаждение на воздухе. Промывку осуществляли в ваннах с проточной горячей (до 90 °С) водой. Время промывки — до 10 мин.

Выделяющийся атомарный азот и углерод насыщали поверхность деталей.

Химические реакции разложения:

$$2KOCN + O_2 = K_2CO_3 + CO + N_2;$$

$$2CO = CO_2 + C.$$

После карбонитрации пластины имели серый цвет, без сажистого налета.

Микротвердость H_μ образцов измеряли на приборе ПМТ-3М. Испытания на изгиб проводили на разрывной электромеханической машине ИР 5047-50. Результаты испытаний приведены в табл. 1.

Результаты и их обсуждение

Анализ данных табл. 1 показал, что получено незначительное (до 12,5 %) увеличение прочностных свойств спеченного твердого сплава ВК8 и несколько большее (до 18 %) — спеченного твердого сплава Т15К6. Отмечено также увеличение на 6 % микротвердости после карбонитрации спеченного твердого сплава ВК8 и на 13 % — после карбонитрации спеченного твердого сплава Т15К6.

Для оценки износа спеченного твердого сплава при обработке резанием проводили точение 5 образцов на токарно-винторезном станке 16К20. При этом выполняли по 5 проходов режущего инструмента на каждом образце. Заготовки были изготовлены из круглого проката стали марки 45 (ГОСТ 1050—2013) раз-

Таблица 1

Микротвердость и средний предел прочности при изгибе сплавов Т15К6 и ВК8 до и после карбонитрации

Номер образца	Марка спеченного твердого сплава	Время карбонитрации, мин	Размеры образцов, мм		Микротвердость H_μ	Предел прочности при изгибе $\sigma_{изг}$, Н/мм²
			B	*H*		
1 (исходный)	ВК8	–	5,12	5,41	1270	1670
2		15	5,10	5,43	1325	1690
3		30	5,15	5,41	1400	1710
4		60	5,14	5,40	1430	1730
5 (исходный)	Т15К6	–	5,13	5,40	1580	1437
6		15	5,12	5,43	1600	1535
7		30	5,11	5,40	1645	1586
8		60	5,12	5,41	1750	1590
9		120	5.12	5,43	1770	1650
10		240	5,12	5,41	1785	1690

Таблица 2

Износ сплавов Т15К6 и ВК8 после обработки резанием

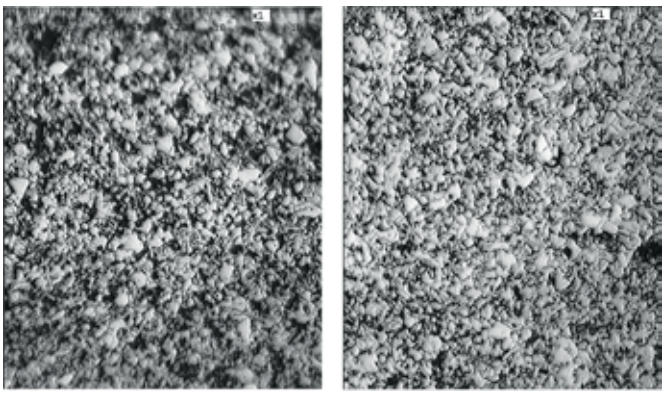
Номер образца	Марка спеченного твердого сплава	Время карбонитрации, мин	Износ, мм	
			по передней поверхности $h_п$	по задней поверхности $h_з$
1 (исходный)	ВК8	—	0,186	0,525
2		15	0,157	0,161
3		30	0,154	0,179
4		60	0,150	0,342
5 (исходный)	Т15К6	—	0,225	0,325
6		15	0,192	0,232
7		30	0,190	0,239
8		60	0,170	0,242
9		120	0,149	0,249
10		240	0,150	0,250

мерами: внешний диаметр $\varnothing_{внеш}$ = 200 мм, внутренний диаметр $\varnothing_{внут}$ = 25 мм, длина L = 200 мм. Частота вращения заготовки составляла 400 мин$^{-1}$, глубина резания — 1 мм, подача — 0,1 мм/об. Результаты испытаний твердого сплава после обработки резанием приведены в табл. 2.

Из анализа данных по обработке резанием спеченных твердых сплавов ВК8 и Т15К6, подвергнутых карбонитрации, следует, что износ по передней поверхности уменьшился для сплава ВК8 на 19 %, а для сплава Т15К6 на 33 %.

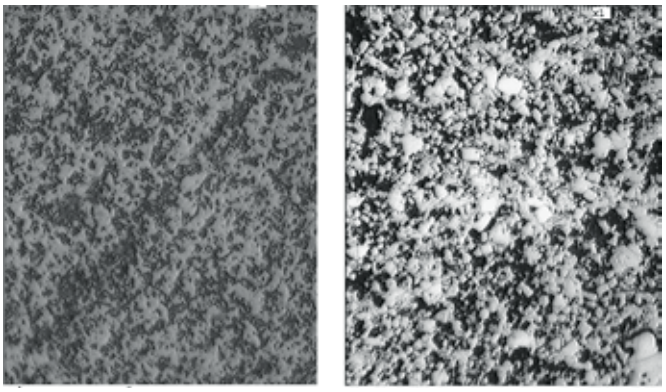
Далее провели исследование микроструктуры и фрактографии излома на электронном микроскопе Jeol ISM-6000, мультивизоре μVizo — МЕТ-221. Рентгеноструктурный анализ проводили на минидифрактометре МД-10.

Перед исследованием образцы были отполированы и протравлены в реактиве, содержащем красную 50%-ную кровяную соль, гидроксид калия и дистиллированную воду в соотношении, %: 30: 15: 55. Твердый сплав травили в течение 30 с.



а) *б)*

Рис. 2. Микроструктуры твердого сплава ВК8, ×1000:
а — в исходном состоянии; *б* — после карбонитрации в течение 30 мин



а) *б)*

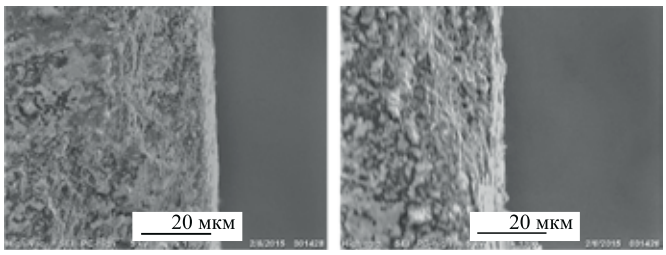
Рис. 3. Микроструктуры твердого сплава Т15К6, ×1000:
а — в исходном состоянии; *б* — после карбонитрации в течение 30 мин

Исследования микроструктуры на мультивизоре μVizo — МЕТ-221 проводили с увеличением 1000, на электронном микроскопе Jeol-6000 Neoscope — с увеличением 1300.

Микроструктуры исходных твердых сплавов Т15К6 и ВК8 и после карбонитрации приведены на рис. 2, 3, а микроструктуры поверхностного слоя твердых сплавов Т15К6 и ВК8 после карбонитрации — на рис. 4.

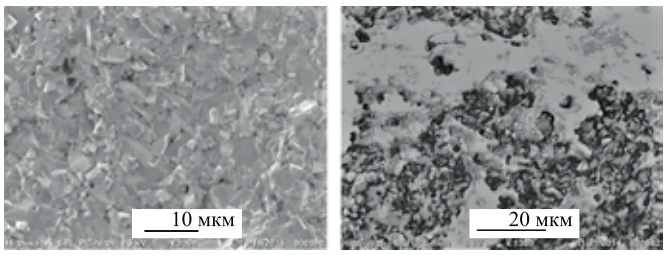
На рис. 5 представлена фрактография излома спеченного твердого сплава Т15К6 в исходном состоянии и после карбонитрации. Исходный образец имеет чашечный излом по включениям кобальта и ручьистый, пиковидный — по фазам WC и TiC. Однако после карбонитрации произошло измельчение розеток чашечного типа при полном отсутствии ручьистого излома по фазам WC и TiC. Карбонитрация твердого сплава приводит к уменьшению внутренних напряжений и дополнительному растворению карбидов вольфрама в кобальтовой связке. Можно отметить, что величина и форма зерен карбида вольфрама и карбида титана у твердых сплавов изменяются, что влияет на уровень свойства сплавов.

Для определения изменения количества азота и углерода проводили анализ поверхностного слоя методом EDS (электронный микроскоп Jeol ISM-6000). В точках 001 (рис. 6, *а*) и 002 (рис. 6, *б*) определяли содержание углерода и азота. Их массовый состав приведен под рентгенограммой. Вертикальная ось рентгено-



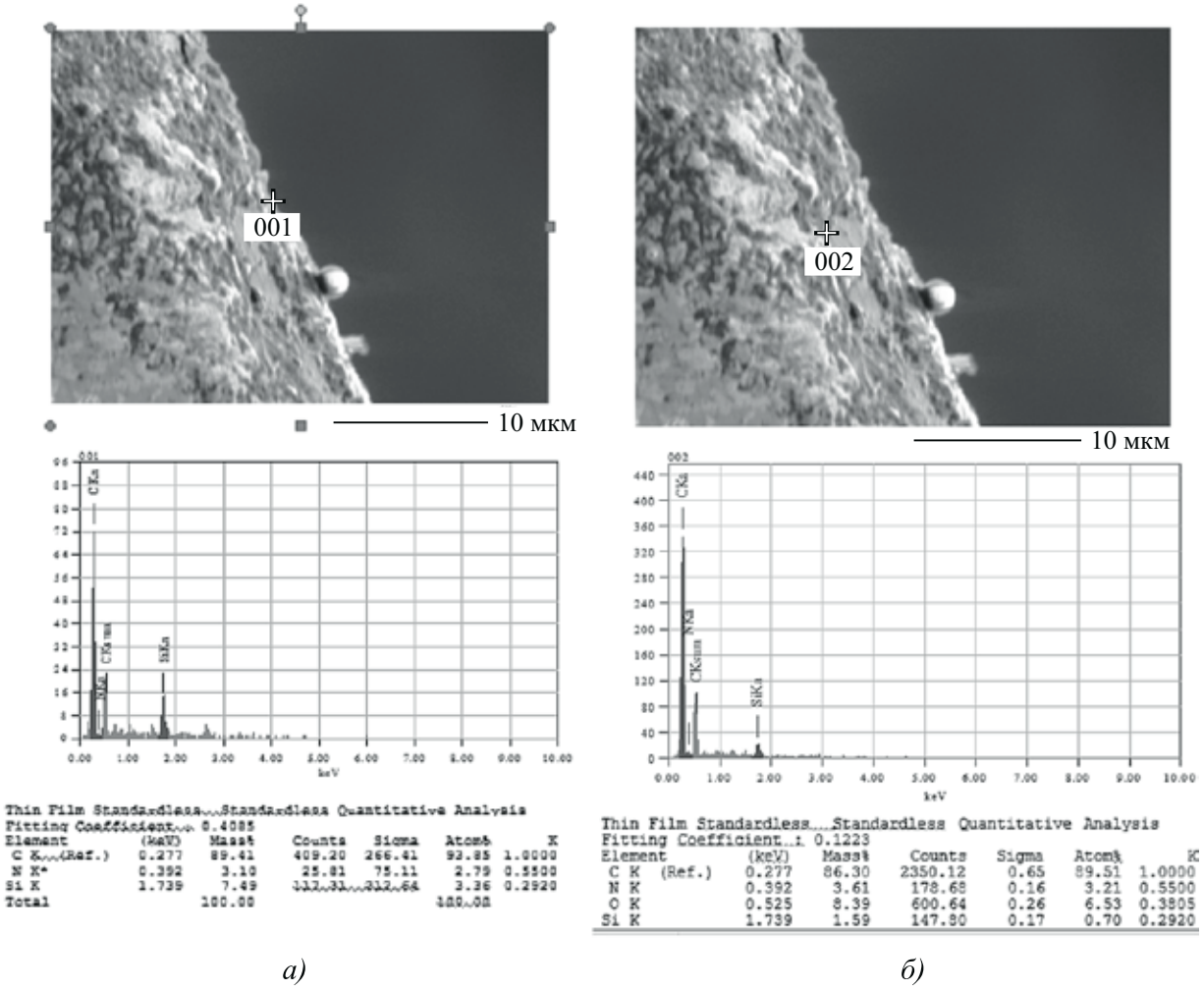
а) *б)*

Рис. 4. Микроструктуры поверхностного слоя спеченных твердых сплавов Т15К6 (*а*) и ВК8 (*б*) после карбонитрации в течение 30 с, ×1300



а) *б)*

Рис. 5. Фрактография излома спеченного твердого сплава Т15К6:
а — в исходном состоянии, ×2000; *б* — после 30 мин карбонитрации, ×1300



а) *б)*

Рис. 6. Элементный анализ в поверхностном слое спеченного твердого сплава Т15К6 после карбонитрации

Таблица 3

Параметры тонкой структуры WC-фазы сплава ВК8, WC- и TiC-фазы сплава Т15К6 после карбонитрации

Твердый сплав	Вид химико-термической обработки	Фазовый состав	Индекс кристаллографического направления	
			001	001, 002
			$D \cdot 10^{-7}$, м	$\Delta\sigma \cdot 10^{-3}$
ВК8	Сплав после спекания	WC — ГПУ, Co — ГПУ	93	1,17
	После карбонитрации	WC — ГПУ, Co — ГЦК	76	0,83
Т15К6	Сплав после спекания	WC — ГПУ, TiC, Co — ГЦК	57	0,84
	После карбонитрации	WC — ГПУ, TiC, Co — ГЦК	37	0,83

граммы — количество определяемого элемента, % мас., горизонтальная — напряжение, мВ. Поэлементный анализ на поверхности и на глубину 2...4 мкм спеченного твердого сплава Т15К6 показал, что процесс карбонитрации приводит к созданию карбонитридного покрытия и уменьшению массовой доли азота и углерода по глубине слоя на 94 %.

При 1300-кратном увеличении видимых изменений в размере кобальтовой и карбидной фаз после карбонитрации не происходит. С помощью рентгеноструктурного анализа [16] определили размеры блоков кристаллической решетки D и микронапряжения ($\Delta\sigma$) для спеченного твердого сплава Т15К6 (табл. 3).

Карбид вольфрама WC и карбид титана TiC представлены полным набором дифракционных линий, так же как и Co-фаза. WC имеет гексагональную плотно упакованную решетку (ГПУ), TiC, Co — гранецентрированную кубическую решетку (ГЦК). Наличие линий и соотношение их интенсивностей соответствуют массовой доле WC, TiC и Co в твердом сплаве. После проведения карбонитрации на поверхности спеченных твердых сплавов ВК8 и Т15К6 не происходит изменения

фазового состава, но изменяются размеры мозаичных блоков D и микронапряжения $\Delta\sigma$.

Анализ данных, приведенных в табл. 3, показал уменьшение величины кристаллических блоков в твердых сплавах после карбонитрации: для ВК8 на 18 % и для Т15К6 на 35 %. Микроискажения уменьшаются для ВК8 на 20 % и для Т15К6 на 12 %. Уменьшение величины кристаллических блоков и микронапряжений после карбонитрации положительно влияет на эксплуатационные свойства приведенных спеченных твердых сплавов.

Выводы

На основании проведенной работы по выявлению влияния процесса карбонитрации спеченных твердых сплавов марки Т15К6 и ВК8 в течение 15, 30 мин, а также 1,2 и 4 ч соответственно, на формирование структуры диффузионных слоев и эксплуатационные характеристики установлено изменение твердости, предела прочности при изгибе, износа при обработке резанием и данных рентгеноструктурного анализа.

Определено увеличение микротвердости спеченных твердых сплавов после карбонитрации: ВК8 — на 6 %, а Т15К6 — на 13 %.

Получено незначительное (до 12,5 %) увеличение прочностных свойств для спеченного твердого сплава ВК8 и несколько большее (до 18 %) — для спеченного твердого сплава Т15К6.

На основе анализа данных по резанию спеченных твердых сплавов ВК8 и Т15К6 после карбонитрации и полученных данных установлено, что износ при резании для сплава ВК8 уменьшается на 19 %, а для сплава Т15К6 — на 33 %.

После применения карбонитрации на поверхности спеченных твердых сплавов ВК8 и Т15К6 не происходит изменения фазового состава, но изменяются размеры мозаичных блоков и величина микронапряжений.

Поэлементный анализ на поверхности и на глубину 2...4 мкм спеченного твердого сплава Т15К6 показал, что процесс карбонитрации приводит к созданию карбонитридного покрытия.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Богодухов С.И., Козик Е.С.** Материаловедение: учеб. для вузов. Старый Оскол: ТНТ, 2014. 649 с.

2. **Бондаренко В.А., Богодухов С.И.** Обеспечение качества и улучшение характеристик режущих инструментов. М.: Машиностроение, 2000. 141 с.

3. **Лошак М.Г.** Прочность и долговечность твердых сплавов. Киев: Наук. думка, 1984. 328 с.

4. **Богодухов С.И., Синюхин А.В., Козик Е.С.** Курс материаловедения в вопросах и ответах: учеб. пособие для вузов. 4-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2014. 564 с.

5. **Упрочнение** поверхности низкоуглеродистой стали самофлюсующимися твердыми сплавами / С.И. Богодухов, Д.И. Чурносов, Е.С. Козик, Е.В. Солосина // Заготовительные производства в машиностроении. 2014. № 3. С. 38—40.

6. **Богодухов С.И., Гарипов В.С., Солосина Е.В.** Определение модуля упругости различных материалов с применением средств тензометрии // Вестник Оренбургского государственного университета. 2014. № 4. С. 289—295.

7. **Коррозионная** стойкость низкоуглеродистых сталей с гальваническими покрытиями / Е.С. Козик, С.И. Кошелев, Е.В. Кушнаренко и др. // Вестник Оренбургского государственного университета. 2013. № 1. С. 182—186.

8. **Пат. № 2491355 РФ.** Способ термической обработки изделий типа штоков / Богодухов С.И., Проскурин А.Д., Козик Е.С. и др. // Заявитель и патентообладатель Оренбургский государственный университет (RU); Заявл. 05.03.2012; Опубл. 27.08.2013. Бюл. № 24.

9. **Термическая** обработка твердого сплава Т14К8 / С.И. Богодухов, В.С. Гарипов, Е.С. Козик, Е.В. Солосина // Заготовительные производства в машиностроении. 2012. № 12. С. 41—44.

10. **Пат. № 2517093 РФ.** Способ термической обработки режущего инструмента с напаянной твердосплавной пластиной / Богодухов С.И., Проскурин А.Д., Козик Е.С. и др. // Заявитель и патентообладатель Оренбургский государственный университет (RU); Заявл. 09.04.2013; Опубл. 27.05.2014. Бюл. № 15.

11. **Пат. № 2528539 РФ.** Способ получения режущего инструмента из карбидосодержащих сплавов вольфрамовой (ВК) титановольфрамовой (ТК) групп / Богодухов С.И., Проскурин А.Д., Козик Е.С. и др. // Заявитель и патентообладатель Оренбургский государственный университет (RU); Заявл. 07.05.2013; Опубл. 20.09.2014. Бюл. № 26.

12. **Пат. № 2534670 РФ.** Способ упрочнения твердых сплавов / Солосина Е.В., Богодухов С.И., Проскурин А.Д. и др. // Заявитель и патентообладатель Оренбургский государственный университет (RU); Заявл. 11.06.2013; Опубл. 10.12.2014. Бюл. № 35.

13. **Методы** повышения эксплуатационных свойств твердосплавного режущего инструмента / С.И. Богодухов, В.С. Гарипов, Е.С. Козик, Б.М. Шейнин; ФГБОУ ВПО ОГУ. Оренбург, 2013. 24 с. Деп. в ВИНИТИ 29.05.2013 № 156-В2013.

14. **Панов В.С., Чувилин А.М.** Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. М.: МИСИС, 2001. 428 с.

15. **Лошак М.Г.** Упрочнение твердых сплавов. Киев: Наук. думка, 1997. 142 с.

16. **Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А.** Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 1994. 328 с.

УДК 621.794

В.П. Панков
(Научно-производственное предприятие "Плазма", г. Ставрополь)
E-mail: pankovvp6@list.ru

Исследования комбинированных жаростойких покрытий лопаток турбин газотурбинных двигателей

Анализируются условия работы рабочей лопатки турбины ротора высокого давления газотурбинного двигателя и результаты длительных испытаний различных вариантов покрытий в составе двигателя, позволяющие определить оптимальные с точки зрения увеличения ресурса состав, структуру и толщину покрытия.
Ключевые слова: *лопатка турбины, ресурс, сплав, покрытие, структура, термическая стойкость, длительная прочность.*

Operating conditions of a working turbine blade of a rotor of a high pressure of the gas-turbine engine and results of long tests of various options of coverings as a part of the engine allowing to define optimum, from the point of view of increase in a resource, structure, structure and thickness of a covering are analyzed.
Keywords: *turbine blade, resource, alloy, covering, structure, thermal firmness, long strength.*

Оптимизация параметров защитного жаростойкого покрытия является весьма трудной задачей вследствие сложных взаимосвязей между параметрами покрытия и его ресурсом.

Анализ условий работы рабочей лопатки ротора высокого давления (РДВ) (рис. 1) и результатов длительных испытаний различных вариантов ее покрытий в составе газотурбинного двигателя (ГТД) позволяет определить оптимальные с точки зрения увеличения ресурса состав, структуру и толщину покрытия.

На ресурс покрытия на входной кромке лопатки влияет концентрация алюминия, которую необходимо увеличивать. На рис. 2 представлена зависимость гарантированной долговечности покрытия от концентрации алюминия. При увеличении запаса алюминия, а следовательно, и способности покрытия к формированию защитной оксидной пленки жаростойкость покрытия повышается. Однако при этом уменьшается пластичность покрытия, и при концентрации алюминия больше 26 % мас. в покрытии возникают термоусталостные трещины.

На рис. 3 показано влияние толщины покрытия на долговечность лопаток с покрытиями. При увеличении толщины покрытия ресурс покрытия возрастает, однако при толщинах больше 120 мкм резко снижается предел выносливости лопаток и

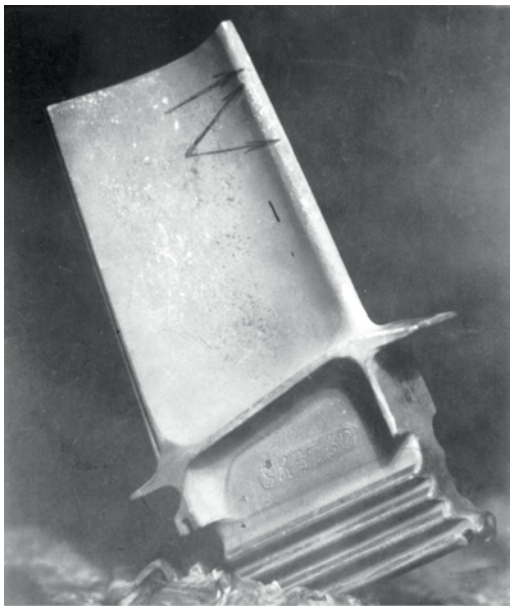


Рис. 1. Лопатка турбины ротора высокого давления

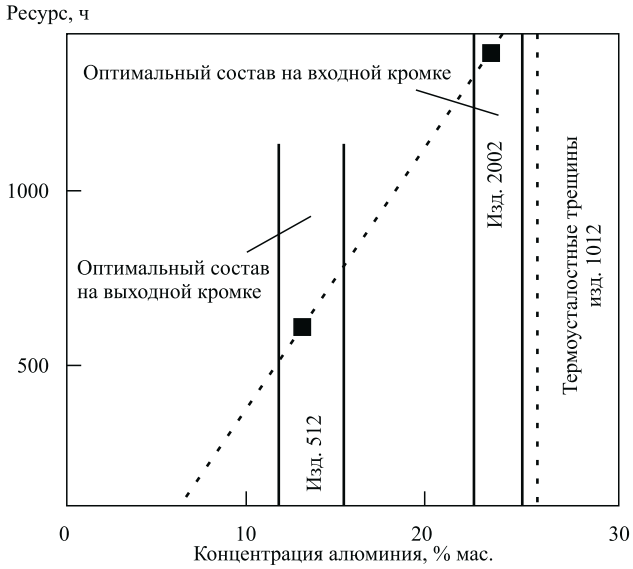


Рис. 2. Зависимость гарантированной долговечности покрытия от концентрации алюминия

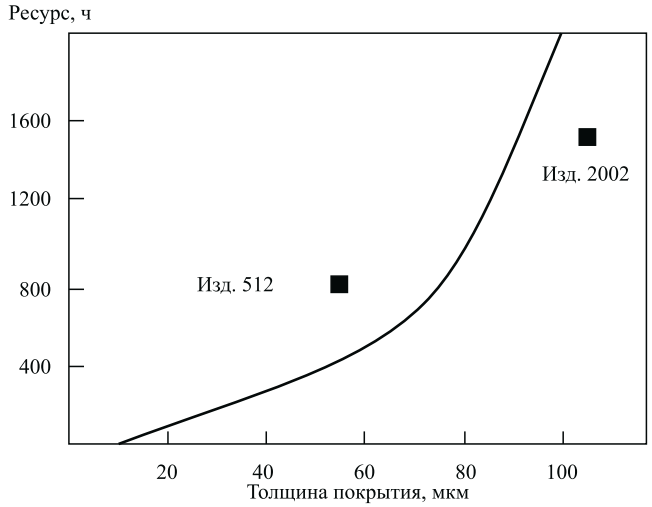


Рис. 3. Влияние толщины покрытия на входной кромке на его долговечность

Рис. 4. Термоусталостные трещины покрытия

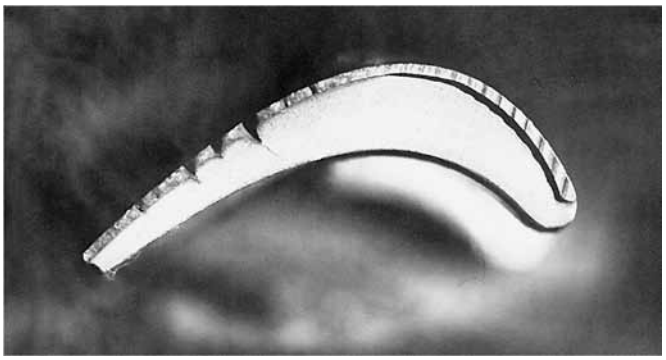


Рис. 5. Термоусталостные трещины в районе выходной кромки лопатки

велика вероятность появления термоусталостных трещин на "корыте" и в районе выходной кромки лопаток (рис. 4, 5).

Анализ работоспособности жаростойких покрытий на лопатках турбин высокого давления (ТВД) ГТД, учет требований к покрытиям позволили сделать следующие выводы: для защиты лопаток турбин следует применять алюминидное покрытие, легированное иттрием, гафнием, хромом, кремнием, вольфрамом, танталом. Методом порошков получить такое сложное покрытие с оптимальным набором легирующих элементов невозможно. Плазменными методами можно получить покрытие сложного состава, но такие покрытия пористые и недостаточно стабильные. Для защиты лопаток ГТД от коррозии с учетом условий работы покрытия в каждой точке профиля необходимо использовать двухстадийную технологию: вначале методом порошков получать легированное диффузионное покрытие, а затем плазменным методом наносить покрытие, повышающее служебные свойства входной кромки [1—3].

Лопатки РВД отличаются тем, что на стационарном режиме на входной кромке имеет место наивысшая температура и, следовательно, в материале входной кромки — сжимающие напряжения. Во время быстрого охлаждения, как следует из результатов анализа покрытия на входной кромке после различной продолжительности работы, растягивающие напряжения невелики, поэтому можно допустить использование покрытия толщиной 100...110 мкм с наибольшим содержанием алюминия (25...27 % мас.) и структурой β-фазы. Выходная кромка лопатки разогревается до 950 °С, работает в условиях растяжения, поэтому на выходной кромке из соображения сопротивляемости растрескиванию целесообразно иметь покрытие сравнительно небольшой толщины (40...60 мкм) и со структурой $\beta + \gamma'$-фаз, обеспечивающей значительные сжимающие напряжения в покрытии [4].

Влияние покрытия на прочность лопаток ГТД определяется механическими и физическими свойствами самого покрытия.

Структурными составляющими алюминидных покрытий могут быть Ni_2Al_3, NiAl и Ni_3Al, карбиды и другие интерметаллиды [5]. Основная фаза NiAl обладает малыми прочностью и пластичностью. При комнатной температуре $E(100) = 9{,}638 \cdot 10^4$ МПа, $E(110) = 18{,}826 \cdot 10^4$ МПа; $E(111) = 27{,}593 \cdot 10^4$ МПа. Фаза NiAl обладает максимальной прочностью в интервале температур 600...700 °С. После длительных выдержек при повышенных температурах, а в некоторых случаях сразу же после получения покрытия (путем хромоалитирования в вакууме) в структуре имеется фаза Ni_3Al. Прочность Ni_3Al почти в два раза больше прочности NiAl. С повышением температуры прочностные свойства Ni_3Al повышаются и достигают максимума при 550...750 °С. Для монокристаллов Ni_3Al модуль Юнга $E = 19{,}91 \cdot 10^4$ МПа, а модуль сдвига $G = 7{,}57 \cdot 10^4$ МПа при комнатной температуре. Более высокими прочностными свойствами по сравнению с NiAl и Ni_3Al обладают сплавы, в структуре которых содержатся обе эти фазы. Когда на алю-

минидных покрытиях лопаток турбин были обнаружены трещины, предположили, что это связано с низкой пластичностью покрытия. Более высокая пластичность покрытий, полученных хромоалитированием в вакууме и имеющих структуру $\beta + \gamma'$, связана не только с меньшим содержанием алюминия, но и с наличием в покрытии сжимающих напряжений. Для большинства литейных никелевых сплавов в интервале температур 20...1000 °С температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) $\alpha_л = (14{,}3...14{,}8)\cdot10^{-6}$ °С$^{-1}$. Для диффузионных покрытий ТКЛР невелики: $\alpha_л = 14{,}3\cdot10^{-6}$ °С$^{-1}$ — для алюминидных покрытий со структурой β-фазы; $\alpha_л = 13{,}5\cdot10^{-6}$ °С$^{-1}$ для хромоалюминидных покрытий со структурой β + 50 % γ'. Конденсационные, в частности электронно-лучевые покрытия системы Ni—Cr—Al—Y, имеют структуру $\beta + \gamma$ и ТКЛР этих покрытий зависит от содержания в них алюминия и хрома. Например, при 20 % хрома, 10...12 % алюминия в интервале температур 20...1000 °С $\alpha_л = (16{,}7...17)\cdot10^{-6}$ °С$^{-1}$.

Проведенный в работе анализ показывает, что электронно-лучевые покрытия из-за высоких значений ТКЛР не имеют перспектив для защиты лопаток турбин современных двигателей и что весьма перспективными являются диффузионные покрытия со структурой $\beta + \gamma'$-фаз.

Окончательное формирование структуры и свойств комбинированного покрытия происходит при хромоалитировании в вакууме в порошковой смеси и при последующей термовакуумной обработке (ТВО). Эксперимент со смесями, содержащими 10, 13, 15, 18, 21, 25 % мас. алюминия и 50 % мас. хрома, показал, что при использовании смеси с содержанием алюминия более 10 % мас. формировался чистый, без "захватов" слой. В то время как при хромоалитировании в смеси с 10 % мас. алюминия в покрытии присутствовали частицы глинозема. Захват частиц смеси покрытием при его росте объясняется механизмом формирования покрытия [6].

С увеличением концентрации алюминия в покрытии уменьшается концентрация хрома, что отрицательно влияет на прочность алюминидного слоя и увеличивает вероятность протекания мартенситных превращений в покрытии при термоциклировании. В связи с этим наиболее оптимальной порошковой смесью для формирования качественного покрытия является смесь, содержащая 13 % мас. алюминия. После хромоалитирования в этой смеси покрытие не имеет "захватов" и имеет достаточно высокую концентрацию хрома.

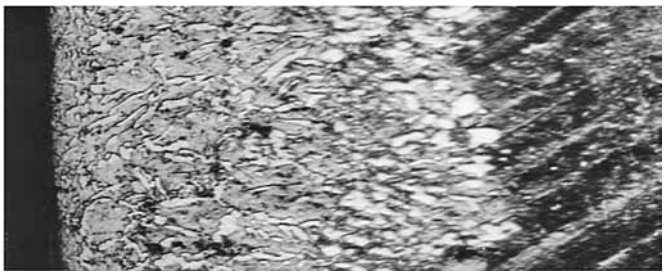


Рис. 6. Структура покрытия после хромоалитирования и термовакуумной обработки

Структура покрытия после хромоалитирования состоит из наружной зоны толщиной 50...60 мкм и внутренней зоны толщиной 10...15 мкм. Наружная зона имеет структуру β-фазы. Она сильно обогащена алюминием. При термовакуумной обработке происходит дальнейшее формирование покрытия. Структура покрытия после ТВО представлена на рис. 6. Вследствие диффузии никеля из сплава в наружную зону покрытия происходит увеличение его толщины. Концентрация алюминия уменьшается, образуется структура $\beta + \gamma'$ в наружной зоне.

Такие состав и структура оптимальны для покрытия на "корыте" и выходной кромке лопатки, так как в структуре $\beta + \gamma'$ формируются сжимающие напряжения, препятствующие термоусталостному растрескиванию покрытия. В то же время концентрация алюминия 16...17 % мас. достаточно велика для обеспечения высокой жаростойкости при температурах 1000...1050 °С, которые достигаются в области выходной кромки лопатки [7, 8].

Результаты РСМА состава покрытия РЛ ТВД двигателя до и после 1200 % ЭЦИ на двигателе

Покрытие	Состояние	Концентрация элемента, % мас*				
		Al	Cr	Ni	Co	W
Комбинированное	До испытаний	20,0/23,1	4,0/2,0	62,5/63,9	3,7/3,0	7,1/5,0
Комбинированное	После испытаний	18,0/17,5	4,5/4,0	63,9/59,5	4,7/4,5	9,4/9,4
СДП2-ВСДП16	До испытаний	17,0/19,5	20,0/9,0	63,0/68,0	0,2/0,2	0/0
СДП2-ВСДП16	После испытаний	10,1/12,7	15,3/9,9	62,6/63,5	2,3/2,2	8,2/8,2

* В числителе — среднее содержание элемента по покрытию, в знаменателе — содержание у поверхности.

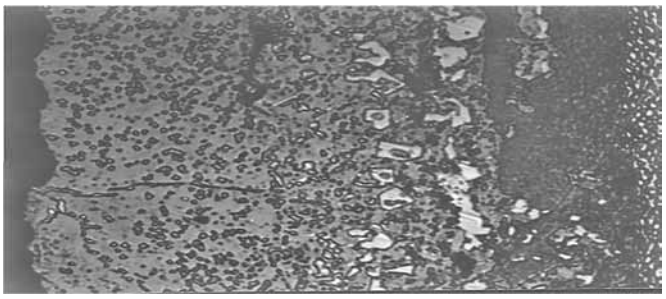


Рис. 7. Структура комбинированного покрытия на входной кромке

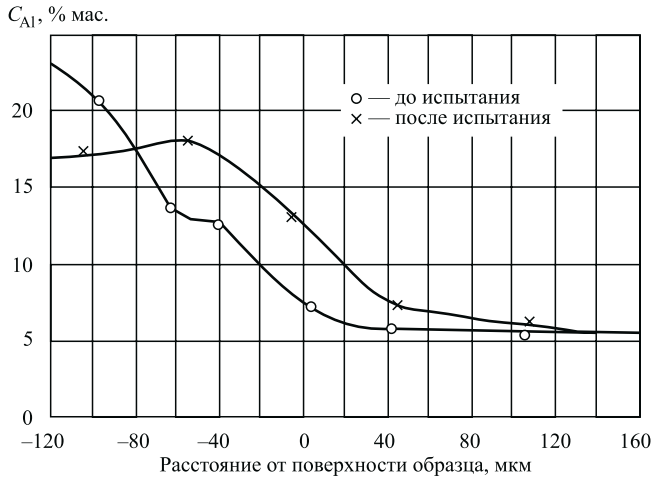


Рис. 8. Распределение алюминия по толщине комбинированного покрытия на входной кромке и изменение этого распределения за время испытаний

Однако при такой концентрации алюминия покрытие быстро исчерпывает свои защитные свойства на входной кромке, где рабочие температуры достигают 1150...1180 °С. Для усиления покрытия на входной кромке на нее дополнительно напыляют слой состава Ni—Al—Y толщиной 10...15 мкм и покрытие подвергают отжигу при температуре 1050 °С в течение 5 ч. Толщина покрытия составляет 90...100 мкм. Структура покрытия состоит из β-фазы при напыленном слое с переходом в β + γ′-фазы оставшегося покрытия. Структура комбинированного покрытия на входной кромке приведена на рис. 7.

Таким образом, разработанная технология позволяет формировать комбинированное покрытие с изменяющимися по профилю лопатки составом и структурой, обеспечивая наилучшую защиту каждому участку лопатки.

Для подтверждения результатов лабораторных испытаний проведены стендовые эквивалентно-циклические испытания (ЭЦИ) покрытий. Концентрации основных легирующих элементов в покрытии до и после испытаний по данным рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) приведены в таблице.

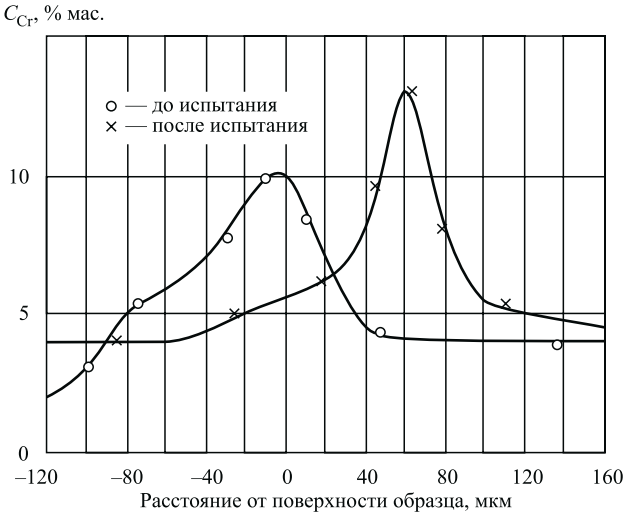


Рис. 9. Распределение хрома по толщине покрытия на входной кромке и изменение этого распределения за время испытаний

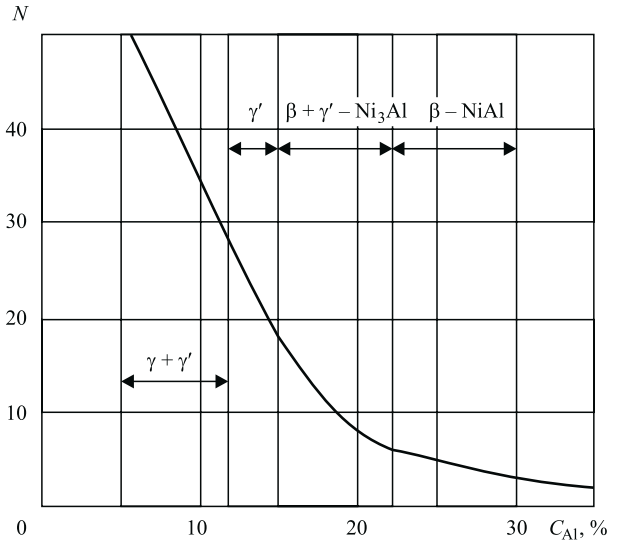


Рис. 10. Влияние концентрации алюминия C_{Al} в покрытиях на их термостойкость:

N — число циклов нагружения

Анализ микроструктуры и состав покрытий показывают, что комбинированное покрытие сохранило работоспособность, в то время как покрытие СДП2-ВСДП16 практически полностью исчерпало свои защитные свойства. Распределения алюминия и хрома по толщине комбинированного покрытия на входной кромке и изменение этих распределений за время испытаний представлены на рис. 8, 9.

Анализ результатов испытаний показывает, что в то время как максимальное содержание алюминия в серийном покрытии снизилось с 18...19 до 12...13 % мас., максимальное содержание алюминия в комбинированном покрытии после испытания составляет 17...18 % мас. при максимальном содержании хрома

до 5 % мас., что обеспечивает высокую жаростойкость покрытия при температурах, соответствующих максимальным рабочим температурам двигателя.

Дополнительное напыление на входную кромку состава системы Ni—Al—Y с высоким содержанием алюминия позволило значительно повысить жаростойкость входной кромки как участка, подвергающегося наиболее интенсивной газовой коррозии. При этом сохранены высокие механические свойства и достаточная жаростойкость остальных участков пера лопатки, что позволило значительно повысить долговечность рабочих лопаток (РЛ) ТВД двигателя в целом.

Оценку термической стойкости и, как следствие, сопротивляемости покрытий малоцикловой усталости проводили при следующих испытаниях. Покрытия наносили по серийным и разработанным технологиям. Испытания проводили при температурах 800, 900, 1000, 1050 и 1100 °С по следующему режиму циклов:

нагрев до температуры испытания;

выдержка в течение 15...20 мин;

охлаждение в воде с температурой 20...25 °С;

осмотр после каждого цикла поверхности лопаток турбин микроскопом МБС-1 с семикратным увеличением на наличие трещин.

Испытания показали, что термическая стойкость лопаток ТВД с покрытием СДП2-ВСДП16 в 1,5...2 раза ниже, чем лопаток ТВД с разработанным покрытием.

На рис. 10 показано влияние концентрации алюминия в покрытиях на их термостойкость.

Одним из важных показателей свойств материала, работающего при высоких температурах длительное время, является предел длительной прочности. Длительная прочность материала с покрытием определяется свойствами как покрытия, так и самого сплава. Влияние на длительную прочность жаропрочных сплавов с покрытием оказывают состав, структура, толщина покрытия и температура его нанесения, а также температура испытаний, характер нагружения, размер и форма образцов. Испытания проводились при температуре 975 °С на круглых гладких образцах с диаметром рабочей части (5,0±0,1) мм из сплава ЖС32ВСНК без покрытия и с комбинированным покрытием. Анализ результатов испытаний показывает, что комбинированное покрытие не снижает длительной прочности жаропрочного сплава ЖС32ВСНК. Небольшое увеличение длительной прочности образцов с покрытием по сравнению с образцами без покрытия связано с окислением поверхности образцов и возникновением дополнительных концентраторов напряжений на образцах без покрытий.

Полученные экспериментальные исследования подтвердили правильность использованного подхода к формированию комбинированного покрытия.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Пат. 2145363 РФ.** Способ нанесения комбинированного жаростойкого покрытия / Панков В.П., Коломыцев П.Т., Ковалев В.Д. Опубл. 10.01.96. Бюл. № 4.

2. **Пат. 2469129 РФ.** Способ нанесения комбинированного теплозащитного покрытия на детали из жаропрочных сплавов / Панков В.П., Коломыцев П.Т., Панков Д.В. Опубл. 10.12.12. Бюл. № 34.

3. **Пат. 2272089 РФ.** Способ нанесения комбинированного жаростойкого покрытия на лопатки турбин / Панков В.П., Коломыцев П.Т., Ковалев В.Д., Панков Д.В. Опубл. 20.03.06. Бюл. № 8.

4. **Пат. 2349679 РФ.** Способ нанесения комбинированного теплозащитного покрытия на лопатки турбин ГТД / Панков В.П., Коломыцев П.Т., Панков Д.В. Опубл. 20.03.09. Бюл. № 8.

5. **Панков В.П., Шаталов А.И., Соловьев В.А.** Структурные изменения в жаростойких покрытиях лопаток турбин при эксплуатации // НаукаПарк. 2014. № 2—2 (22). С. 51—55.

6. **Пат. 2266349 РФ.** Состав смеси для многократного хромоалитирования / Панков В.П., Коломыцев П.Т., Ковалев В.Д., Панков Д.В. Опубл. 20.12.05. Бюл. № 35.

7. **Панков В.П., Павлоградский С.А., Панков Д.В.** Удаление покрытий с рабочих лопаток ГТД // Ремонт, восстановление, модернизация. 2006. № 4. С. 33—37.

8. **Панков В.П., Павлоградский С.А., Панков Д.В.** Разработка комбинированного жаростойкого покрытия для лопаток турбин высокого давления газотурбинного двигателя // Ремонт, восстановление, модернизация. 2006. № 5. С. 22—27.

УДК 621.785.5:669.15'26-194

Л.П. Шестопалова
(Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ))
E-mail: ntibr@mail.ru

Особенности формирования азотированного слоя хромистой стали после предварительного оксидирования

Рассмотрен процесс химико-термической обработки стали 40Х13, состоящий из последовательного окисления-азотирования с контролируемой продолжительностью стадий, позволяющий получить трехслойное модифицированное покрытие, состоящее из зоны внутреннего азотирования и поверхностной нитридной зоны порошкообразной ε-фазы, разделенных наноразмерной оксидной пленкой. Данная обработка повышает поверхностную твердость стали и износостойкость, в том числе в условиях абразивного и гидроабразивного износа. Модифицированный слой обладает существенно более высокой коррозионной стойкостью в абразивной среде пластовой жидкости нефтяных скважин по сравнению с коррозионной стойкостью традиционного азотированного слоя.

Ключевые слова: *хромистая сталь, оксиазотирование, микротвердость, износостойкость, коррозионная стойкость.*

The process of thermochemical treatment of steel 40Kh13 involving successive stages of oxidation and oxynitriding is considered. The three-layer modified coating obtained consists of a zone of internal nitriding and a surface nitride zone of a powder-like ε-phase, which are separated by a nanosize oxide film. The hardness of the surface after such treatment, the wear resistance of the steel under conditions of abrasive and hydroabrasive wear, and the corrosion resistance in an abrasive environment of an oil-well formation fluid are determined. The process considered is shown to be more advantageous than the traditional nitriding.

Keywords: *chromium steel, oxynitriding, microhardness, wear resistance, corrosion resistance.*

Введение

Известно, что применение кислородосодержащих атмосфер при азотировании позволяет существенно интенсифицировать процесс роста нитридного слоя по сравнению с азотированием в аммиаке, что особенно актуально для высоколегированных сталей [1—7]. Это происходит, с одной стороны, за счет повышения азотного потенциала атмосферы, с другой — за счет увеличения степени диссоциации аммиака при снижении его парциального давления. При обработке железа в смеси аммиака и воздуха формируется сложная зона химических соединений, состоящая из нитридных и оксидных фаз, комбинация которых зависит от температуры процесса и азотного потенциала насыщающей атмосферы — параметров, которые определяют направление протекания химических реакций и устойчивость их продуктов. В легированных сталях многообразие возможных фаз еще более увеличивается, поскольку возможно образование соединений легирующих элементов [7]. Это обусловливает возможность регулирования фазового состава и, следовательно, физико-механических свойств слоев в заданном направлении путем реализации различных технологических вариантов многокомпонентного насыщения. Кроме того, обработка высокохромистых сталей в среде аммиака с добавками воздуха не требует предварительной депассивации поверхности изделий.

Разновидностями оксиазотирования, т. е. насыщения в среде аммиака и кислородосодержащей среды (например, воздуха), являются газоциклические процессы и процессы азотирования с предварительным окислением. Особым случаем оксиазотирования являются процессы, сопровождающиеся формированием оксидной пленки, сквозь которую идет дальнейшее насыщение азотом. При этом сначала осуществляется окисление поверхности за счет поступления кислорода воздуха, а затем — азотирование за счет разложения аммиака. При контролируемой раздельной подаче воздуха и аммиака можно добиться образования наноразмерной оксидной пленки, которая играет роль энергетического барьера для активных атомов азота и влияет на строение модифицированного слоя.

Методика проведения исследований

Исследовали процессы последовательного оксиазотирования с образованием оксидной пленки применительно к стали 40Х13. Основные этапы процесса:

нагрев изделия до требуемой температуры в инертной атмосфере в отсутствие активного азота и кислорода, что исключает преждевременное насыщение поверхности этими элементами;

выдержка изделия при температуре окисления в

атмосфере воздуха в течение определенного времени, в результате чего на его поверхности формируется наноразмерная барьерная зона оксидов железа заданной толщины;

выдержка изделия в атмосфере аммиака в течение времени, необходимого для образования под оксидным слоем зоны внутреннего азотирования на базе твердого раствора азота в матрице и нитридов легирующего элемента (хрома) и для формирования над оксидной пленкой порошкообразного слоя нитридов железа.

Для получения количественных зависимостей и последующей оптимизации параметров стадийного процесса окисление проводили в температурном интервале 450...591 °С при продолжительности до 2 ч, последующее азотирование — в интервале 520...591 °С при степени диссоциации аммиака 30...45 % и продолжительности от 45 мин до 4 ч.

Исследовали структуру и фазовый состав слоев методами металлографического, электрографического, рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального анализов, а также сканирующей электронной микроскопии [8, 9]. Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на установке ДРОН-3. Измеряли микротвердость модифицированных слоев.

Микротвердость HV по толщине азотированного слоя измеряли на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 0,1 Н (100 гс). Замеры твердости производили на микрошлифах в направлении, перпендикулярном азотированной поверхности, по четырем дорожкам. Эффективную толщину азотированного слоя оценивали по расстоянию до точки, в которой микротвердость составляла 1,25 от HV сердцевины.

Определяли коррозионную стойкость и износостойкость стали с покрытиями в различных условиях.

Износостойкость диффузионных слоев после упрочнения оценивали двумя методами (ГОСТ 23216—84): трибологическими испытаниями пар трения и по потере массы образца при изнашивании. Испытания пар трения в условиях сухого трения скольжения проводили на экспериментальной установке, разработанной в МАДИ [10]. Износостойкость определяли в диапазоне усилий взаимного прижатия подвижного и неподвижного образцов 10...120 Н при частоте вращения подвижного образца 50 $с^{-1}$. Износостойкость при трении скольжения без смазки оценивали по потере массы образца после испытаний на машине МИ-1М по схеме "вал — частичный вкладыш". Потерю массы определяли с точностью 0,0001 г взвешиванием на аналитических весах через каждые 15 мин испытаний.

Сравнительные испытания на абразивную износостойкость проводили на установке, изготовленной в МАДИ [10]. В качестве абразивного материала в ней использовали резину, содержащую вкрапления микрочастиц абразива, нарезанную в виде гранул с условным диаметром 4...6 мм и предварительно обработанную в барабане в течение 8 ч. Уменьшение массы образцов измеряли с помощью электронных весов CR 120 (Япония). Критерием оценки износостойкости являлось отношение (%) массы изношенного слоя к общей массе образца с покрытием.

Сравнительные испытания покрытий на коррозионную стойкость проводили двумя методами: весовым и потенциостатическим (методом снятия поляризационных кривых) [11]. В связи с тем, что широкая номенклатура деталей из легированных сталей используется в нефтяных и газовых скважинах, испытания на коррозионную стойкость весовым методом проводили в условиях, моделирующих пластовую жидкость. Коррозионную стойкость определяли на той же установке, что использовалась для испытаний на абразивный износ, в которой вращательный барабан был заменен на "пульпокамеру". В нее загружали образцы вместе с пульпой, состоящей из пластовой жидкости (смеси нефти, попутной воды и нефтяного газа). Водородный показатель попутной воды pH = 6,0...8,5; максимальная концентрация сероводорода — 0,0001 % (0,01 г/л); максимальная массовая концентрация твердых частиц — 0,01 % (0,1 г/л), а микротвердость частиц — не более 5 по шкале Мооса (табл. 1). Помещенные в "пульпокамеру" образцы все время передвигаются в среде веществ, входящих в состав пульпы. Применяемая методика основана на взвешивании исследуемого образца до и после каждого цикла его погружения в коррозионную среду. Потеря массы образца при заданных условиях пребывания в коррозионной среде (времени, температуре и т. п.) определяет меру устойчивости материала против коррозии.

Таблица 1

Состав твердых частиц пластовой жидкости

Минерал	Число твердости по Моосу	Минерал	Число твердости по Моосу
Тальк	1	Апатит	5
Гипс	2	Полевой шпат	6
Кальций	3	Кварц	7
Флюрит	4	Корунд	9

Потенциостатический метод [11] является разновидностью электрохимического метода определения коррозионной стойкости. Исследования проводили на потенциостате П-5827М в двухэлектродной ячейке. Электродом сравнения служил хлорсере-

бряный электрод, рабочим электродом — испытуемый образец. В качестве агрессивной среды использовали электролит, состоящий из скважинной жидкости. Критериями коррозионной стойкости являются соответствующие значения стандартного потенциала, полученные из зависимости "потенциал — время". Стойкость к питтинговой коррозии определяли по зависимости "сила тока — потенциал": потенциал, при котором начиналось резкое увеличение тока, принимался за потенциал питтингообразования.

Результаты исследований и их обсуждение

Строение и фазовый состав модифицированного слоя. В результате процесса последовательного оксиазотирования при температурах 550 °С (стадия окисления) и 580 °С (насыщение в аммиаке) формируется трехслойное композиционное покрытие (рис. 1, *а*), особенности строения которого зависят от продолжительности стадий процесса [12]. Модифицированный слой состоит из поверхностной зоны соединений (ε-фазы) толщиной 5...15 мкм, имеющей порошковую консистенцию, расположенной под ней оксидной пленки толщиной 40...150 нм и протяженной (50...150 мкм) зоны внутреннего азотирования (рис. 1, *б*, *в*, *г*).

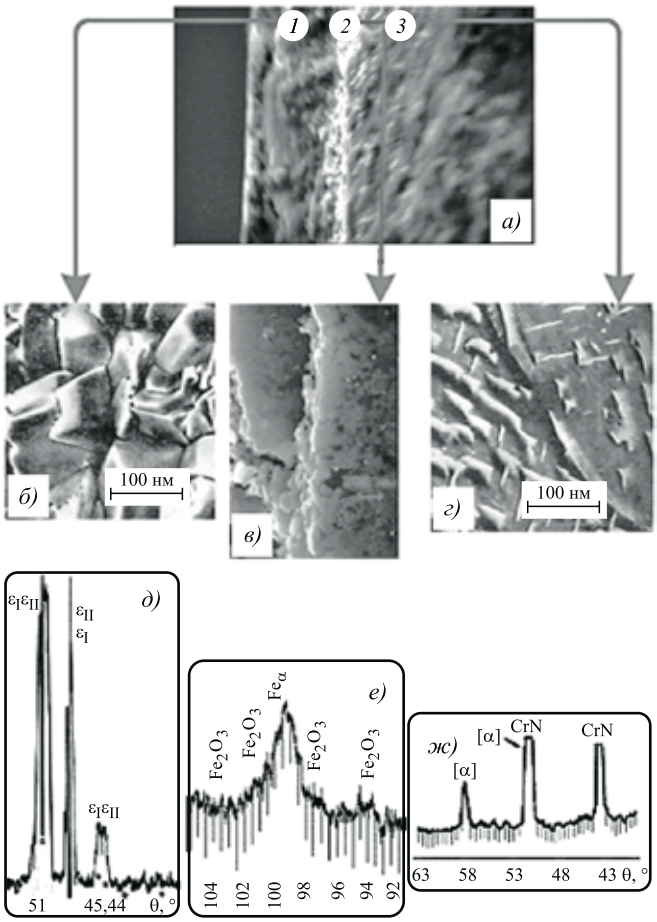


Рис. 1. Структура (*а...г*) и дифрактограммы (*д...ж*) модифицированного слоя стали 40Х13, полученного методом последовательного оксиазотирования:

а — общий вид (СЭМ EVO-40 Karl Zeiss); *б...г* — участки слоев *1*, *2*, *3* соответственно (РЭМ HITACHI S-800); *д...ж* — дифрактограммы от поверхностного порошкового слоя *1* (ε-фазы), оксидной (Fe_2O_3) пленки *2* и зоны *3* внутреннего азотирования Fe_α + CrN соответственно θ — угол отражения

Природу и состав порошковой ε-фазы определяли по изменению параметра решетки методом дифракционного анализа (табл. 2). В работах Белоцкого [13] отмечается характерная особенность нитридной ε-фазы, образующейся при азотировании на поверхности образцов, — ее значительная химическая неоднородность. О неоднородности ε-фазы свидетельствует существенное размытие интерференционных линий, а также при увеличении времени азотирования их раздвоение на рентгенограммах высокотемпературной съемки (рис. 1, *д*). Наблюдаемые эффекты связывают с перераспределением азота и образованием двух изоморфных решеток ε-фазы с различным содержанием азота: ε_I-фазы, близкой по составу к нитриду железа Fe_2N с концентрацией N 9,5 %, и ε_{II}-фазы — нитрида Fe_3N с концентрацией N 7 %.

Таблица 2

Параметры решетки ε-фазы стали 40Х13 после азотирования

Фаза	Тип решетки	Параметр решетки, нм		*c/a*	Концентрация N, % мас.
		a	*c*		
ε_I	Гексагональная	0,27401	0,43992	1,605	9,5
ε_{II}	Гексагональная	0,27010	0,43712	1,618	7,0

Образовавшаяся на поверхности оксидного слоя высокоазотистая ε-фаза ($Fe_{2-3}N$) не спекается в сплошную нитридную корку, так как температура плавления нитрида значительно выше температуры азотирования. На снимках электронного сканирующего микроскопа (рис. 1, *б*) хорошо видны отдельные частицы порошка со скругленными углами. Сформировавшиеся на поверхности нитриды представляют собой порошкообразную субстанцию, имеющую низкую прочность связи с поверхностью, в результате чего порошок при необходимости легко с нее счищается. Определение дисперсности частиц ε-фазы по методу Стокса — по скорости их осаждения из суспензии порошка в жидкости — показало, что преобладающий размер фракции составляет 40...60 нм [12].

При исследовании в рассеянных электронах на сканирующем микроскопе можно наблюдать оксидную

пленку в виде белой полосы, разделяющую зону химических соединений и зону внутреннего азотирования (рис. 1, *а*). При увеличении напряжения на образце на оксидной пленке, являющейся диэлектриком, начинают скапливаться электроны, что вызывает хорошо видимое свечение. Морфологию и толщину оксидной пленки определяли при электронно-микроскопическом исследовании (рис. 1, *в*).

Рентгеноструктурный анализ поверхностного слоя после сошлифовывания порошкового нитридного слоя показал, что по составу оксидная пленка соответствует Fe_2O_3 (рис. 1, *е*). Присутствие пика Fe_α на дифрактограмме можно объяснить тем, что глубина проникновения рентгеновских лучей составляет ~ 3 мкм, что значительно больше, чем толщина сформированной оксидной пленки. Это позволяет обнаружить фазы, находящиеся под пленкой. После механического удаления оксидной пленки РСА фиксирует только Fe_α с параметром кристаллической решетки, измененным за счет образования азотистого феррита (табл. 3). Уменьшение параметра решетки Fe_α по глубине слоя соответствует снижению концентрации растворенного азота в зоне внутреннего азотирования по мере удаления от поверхности.

Таблица 3

Изменение параметра решетки Fe_α по глубине слоя

Глубина слоя, мкм	Параметр решетки, нм
0 (поверхность)	0,29076
5	0,29020
15	0,28929
45	0,28803
55	0,28711

Локальным методом электронной спектроскопии (Line Skan INCA-sighnt) зафиксирована повышенная концентрация хрома под оксидным слоем. Рентгеноспектральный анализ (INCA x-act) структурного фрагмента размером ~ 300...350 нм, располагающегося непосредственно под оксидной пленкой, показал преимущественное наличие в нем азота и хрома. Учитывая высокое содержание хрома и азота, следовало бы ожидать выделения в слое нитридов хрома, которые, однако, при дифракционном исследовании не выявляются в связи с их высокой дисперсностью. Было сделано предположение, что упрочненная зона внутреннего азотирования представляет собой твердый раствор с мелкодисперсными нитридами хрома и растворенным в матрице азотом.

Для выявления природы нитридов в зоне внутреннего азотирования было увеличено время насыщения в аммиаке (до 42 ч), что вызвало старение, сопровождающееся коагуляцией частиц нитридов (рис. 1, *г*), которые идентифицированы методом РСА как CrN (рис. 1, *ж*).

Термодинамическое обоснование механизма формирования многослойного покрытия при последовательном оксиазотировании. Азотирование через оксидный барьер начинается с окисления поверхности стали, которое приводит к нарушению пассивирующей пленки. Известно, что в связи с малой растворимостью кислорода в железе при выдержке стали в кислородосодержащей атмосфере немедленно начинается окисление атомарным кислородом, образующимся в газовой фазе по реакции [14]

$$\frac{1}{2}O_2 \rightarrow O_{ат}.$$

Атомарный кислород сразу же вступает в реакцию с железом и легирующим элементом (хромом) с образованием оксидов в последовательности, в соответствии с которой увеличивается его концентрация в соединении:

$$Fe \rightarrow FeO \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow Fe_2O_3$$
$$\xrightarrow{\qquad} O_{ат}$$

$$Cr \rightarrow Cr_2O_3.$$

Преимущественное образование тех или иных химических соединений является следствием двух факторов: 1) термодинамической активности (сродства) металла к насыщающему элементу; 2) количества адсорбированного кислорода и металла, свободного для участия в реакции. Термодинамическая стабильность оксида хрома выше, чем оксидов железа. Однако следует учесть, что в исследуемой стали хром в значительной степени связан в карбиды, т. е. его концентрация в твердом растворе недостаточна для образования нитридов. В связи с этим в высокоактивной окислительной атмосфере вероятность образования высшего оксида железа оказывается наибольшей, что и подтверждается результатами экспериментальных исследований (рис. 1, *е*).

Образовавшийся оксидный слой обладает определенной проницаемостью для атомарного азота, образующегося при последующей выдержке в аммиаке:

$$NH_3 \rightarrow N_{ат} + \frac{3}{2}H_2.$$

Внешнее окисление способствует образованию нитридов хрома под пленкой, так как снижает концентрацию несвязанного (свободного) железа, т. е. происходит внутреннее азотирование 2-го рода:

$$Cr \rightarrow CrN.$$

Таким образом, именно оксидная пленка пре-

пятствует образованию нитридов железа в зоне внутреннего азотирования. Наличие пленки на пути диффузии ионов азота снижает их кинетическую энергию. В результате этого ее хватает на образование более термодинамически стабильного нитрида CrN, но недостаточно для образования нитридов железа.

Кроме того, по данным работы [15], азотирование высокохромистой стали при значительном содержании азота (массовая доля более 0,1 %) сопровождается образованием нитрида хрома по механизму карбонитридного перехода:

$$Cr_{23}C_6 \rightarrow CrN.$$

Известно [15], что азотирование предварительно окисленной поверхности может ускорять рост поверхностной зоны соединений. На поверхности оксидной пленки ε-фаза может образоваться только в том случае, если там имеются атомы железа, которые вступают в реакцию с азотом. Можно предположить, что оксидная пленка работает по принципу мембраны и часть атомов железа диффундирует через пленку наружу. Одновременно происходит процесс восстановления железа из оксидной пленки водородом, образовавшимся при диссоциации аммиака [4]:

$$Fe_2O_3 + 3H_2 \rightarrow 3H_2O + 2Fe.$$

Наличие атомарного азота в атмосфере приводит к образованию нитридов железа в соответствии с последовательным увеличением концентрации в них азота:

$$Fe \rightarrow Fe_4N(\gamma') \rightarrow Fe_3N(\varepsilon_{II}) \rightarrow Fe_2N(\varepsilon_I).$$
$$\xrightarrow{\quad} N_{ат}$$

Это объясняет образование на поверхности высокоазотистой ε-фазы, причем наличие в порошковой зоне соединений с разной концентрацией азота (ε_{II} + ε_I) свидетельствует о том, что состав ε-фазы формируется дискретно, а не непрерывно.

Свойства модифицированных слоев. Проведение азотирования с предварительным оксидированием приводит к увеличению микротвердости модифицированного слоя (рис. 2). Упрочнение связано как с формированием блочной структуры, искажениями кристаллической решетки легированного феррита (см. табл. 3), так и с образованием высокодисперсных нитридных фаз (см. рис. 1, *ж*).

Твердость на поверхности ниже, чем в основной части диффузионного слоя, что указывает на то, что в порошкообразном состоянии ε-нитрид ведет себя как относительно "мягкая" фаза. Наблюдается повыше-

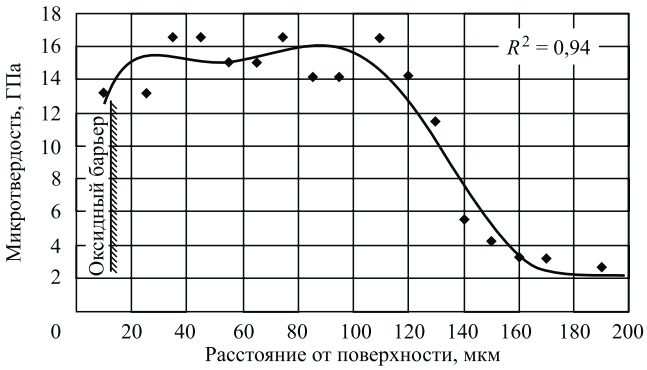


Рис. 2. Изменение микротвердости по толщине диффузионного слоя в стали 40Х13 после оксиазотирования при 580 °С в течение 4,0 ч:

◆ — экспериментальное значение; — — аппроксимирующая кривая; R^2 — среднее квадратичное отклонение

ние твердости до 16 ГПа на глубине до 100 мкм с последующим плавным ее снижением к сердцевине, что является благоприятным распределением для деталей, работающих при ударных нагрузках. Повышение твердости в упрочненном слое стали обусловлено главным образом выделением наноразмерных нитридов хрома, которые когерентны с Fe_α-матрицей. Плавное снижение твердости происходит из-за постепенного снижения объемной доли частиц CrN по глубине.

Формирование структуры, состоящей из оксидного слоя, опирающегося на дисперсно-упрочненную зону внутреннего азотирования, способствует достижению высоких антифрикционных характеристик, особенно при работе узла трения в начальном периоде износа, когда локальные давления значительно выше, чем при установившемся износе [16]. В работе [16] отмечается, что образование поверхностных пленок вторичных оксидных структур (твердых растворов кислорода или оксидов) важно для защиты поверхности трения от схватывания.

Сравнение образцов стали 40Х13, азотированных по классической технологии и методом последовательного оксиазотирования, показало, что коэффициент трения на поверхности в последнем случае значительно ниже (рис. 3). Он составляет 0,04...0,06 при скорости изнашивания 0,003 мм^3/мин против величины 0,14...0,21 и скорости изнашивания 2,14 мм^3/мин при традиционном азотировании.

Улучшение триботехнических характеристик достигается за счет образования на поверхности нанодисперсного порошка из нитридов (см. рис. 1, *б*), который является своего рода смазкой при работе деталей на истирание, увеличивая фактическую площадь контакта. Этот фактор — предпосылка для повышения работоспособности изделий и увеличения ресурса их работы.

Показано, что максимальное повышение износо-

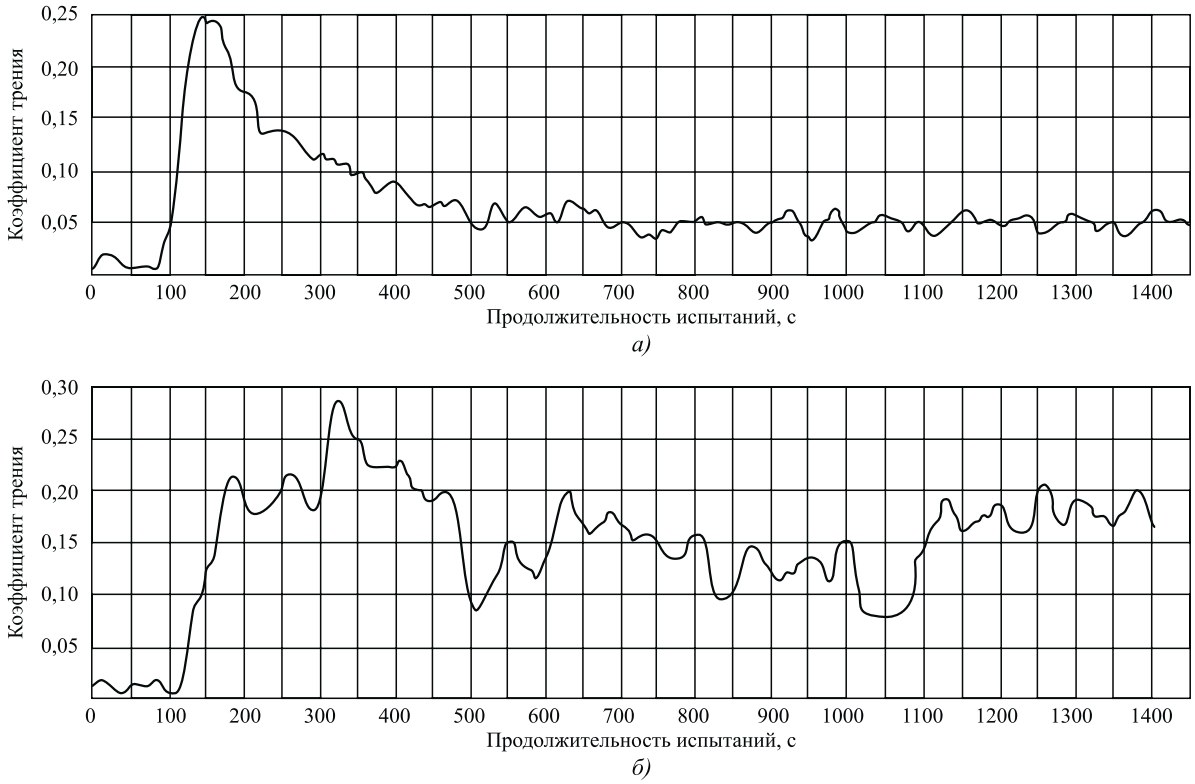


Рис. 3. Зависимость коэффициента трения на упрочненной поверхности стали 40Х13 от длительности испытаний:
а — оксиазотирование с образованием оксидной пленки; *б* — классическое азотирование

стойкости стали 40Х13 при трении скольжения без смазки достигается после оксиазотирования с образованием барьерной оксидной пленки (рис. 4). Высокая износостойкость образцов с порошкообразной нанодисперсной нитридной зоной в подобных условиях трения может быть обусловлена защитой поверхности металла от непосредственного контакта и уменьшением адгезионного взаимодействия трущихся пар.

Фрактографический анализ поверхности трения подтвердил особенности износа образцов с разным

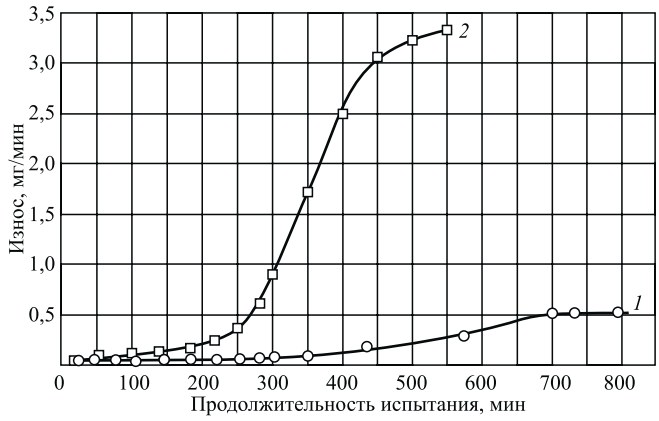


Рис. 4. Зависимость износа стали 40Х13 при трении скольжения без смазки (нагрузка *P* = 1 МПа) от длительности испытаний:
1 — оксиазотирование с образованием оксидной пленки; *2* — классическое азотирование

строением нитридной фазы. Так, у образцов, азотированных по классической технологии с образованием на поверхности плотного слоя ε-фазы ($Fe_{2-3}N$), после испытаний на износ наблюдаются бороздки с частицами, что указывает на абразивный характер изнашивания. У образцов, азотированных через оксидный барьер, поверхность трения гладкая, характеризующаяся минимальной шероховатостью.

Наблюдается повышение абразивной износостойкости композиционных слоев, полученных методом последовательного оксиазотирования. Потери массы при испытаниях на абразивное изнашивание образцов стали 40Х13, упрочненных исследуемым способом, более чем в 2 раза ниже, чем у образцов после классического азотирования. В обоих случаях в начальный период изнашивание происходит за счет истирания поверхностной ε-фазы. Но так как при оксиазотировании слой ε-фазы тонкий и порошкообразный, то скорость износа практически сразу снижается и стабилизируется за счет стойкой к истиранию зоны внутреннего азотирования, упрочненной дисперсными нитридами хрома.

Сталь 40Х13 часто применяется как коррозионностойкая, например в деталях агрегатов, работающих в скважинах нефтегазодобычи. Классическое азотирование приводит к снижению стойкости стали к коррозии во многих агрессивных средах. В связи с этим

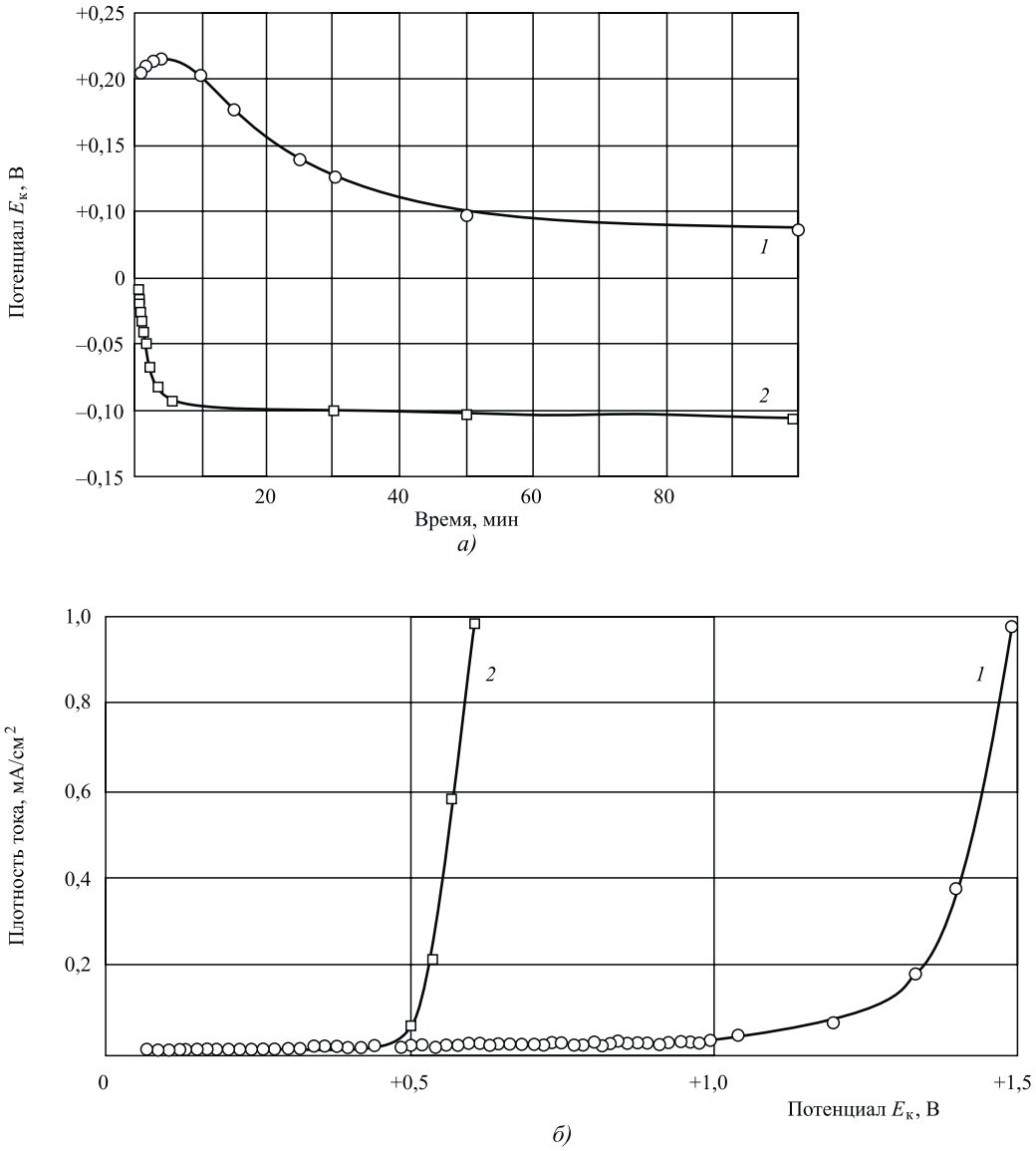


Рис. 5. Изменение электродного потенциала в процессе испытаний (*а*) и анодные потенциометрические кривые (*б*) стали 40Х13 после коррозионных испытаний в электролите, состоящем из скважинной жидкости:
1 — оксиазотирование с образованием оксидной барьерной пленки; *2* — классическое азотирование

исследовали стойкость оксиазотированной стали к электрохимической коррозии в скважинной жидкости. Испытания в электролите, состоящем из скважинной жидкости, показали, что сталь 40Х13 после оксиазотирования с образованием оксидной барьерной пленки характеризуются положительным значением стационарного (коррозионного) потенциала $E_к$, в отличие от образцов, подвергнутых классическому азотированию (рис. 5, *а*), что указывает на более высокую коррозионную стойкость.

Характер поведения анодных потенциометрических кривых (рис. 5, *б*) позволяет сделать вывод о значительно более высокой стойкости оксиазотированного образца к питтинговой коррозии. При классическом азотировании зона внутреннего азотирования содержит существенное количество нитридов железа. В отличие от этого при оксиазотировании с образованием оксидной пленки зона внутреннего азотирования формируется с выделением преимущественно нитрида азота CrN, обладающего большей устойчивостью в окислительной атмосфере, в некоторых кислотах и водных растворах щелочей, чем нитриды железа [13, 14].

Повышенная коррозионная стойкость в сочетании с повышенной твердостью стали 40Х13 после оксиазотирования обеспечивает ей высокую гидроабразивную износостойкость. Как показали экспериментальные исследования, гидроабразивная стойкость оксиазотированной стали, измеренная по потере массы, в 1,7...2 раза выше, чем после классического азотирования.

Выводы

1. Процесс последовательного оксиазотирования дает возможность проводить насыщение стали азотом через образованную на стадии окисления барьерную пленку оксида железа наноразмерной толщины, что приводит к образованию зоны внутреннего азотирования на базе дисперсных частиц нитридов хрома с высокой объемной долей. Зона внутреннего азотирования обладает высокой твердостью благодаря дисперсионному упрочнению.

2. Контроль времени окисления позволяет регулировать толщину оксидной пленки, которая определяет ее барьерный характер, не позволяющий формироваться нитридам железа в зоне внутреннего азотирования. Контроль продолжительности азотирования позволяет не только регулировать толщину зоны внутреннего азотирования под оксидной пленкой, но и формировать поверхностную нитридную зону нанопорошковой ε-фазы над оксидной пленкой.

3. Трехслойное покрытие обладает повышенными параметрами износостойкости, так как наличие оксидной пленки способствует прирабатываемости и снижает склонность к схватыванию при контакте трущихся поверхностей деталей. Нанопорошок нитридов железа на поверхности играет роль естественной смазки пар трения, а зона внутреннего азотирования представляет собой твердую основу (по принципу Шарпи: матрица + включения), сопротивляющуюся истиранию. В результате снижается коэффициент трения поверхности, повышается износостойкость: при трении скольжения без смазки в 4...4,5 раза, в условиях абразивного и гидроабразивного изнашивания в 2...2,5 раза по сравнению с аналогичными характеристиками азотированной стали.

4. Оксиазотированная сталь имеет более высокую коррозионную стойкость, чем азотированная, полученная традиционной обработкой в аммиаке.

5. Производственные испытания азотированных по разработанной технологии деталей, предназначенных для работы в агрессивной среде нефтяных и газовых скважин, показали многократное увеличение ресурса работы.

Работа выполнена по проекту № 11.1593.2014/К "Совершенствование теоретико-методологических основ разработки поверхностно-упрочненных конструкционных материалов", реализуемого МАДИ в рамках проектной части государственного задания в сфере научной деятельности; отдельные виды работ выполнялись в соответствии с Программой стратегического развития МАДИ на период 2012—2016 гг.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Азотирование** конструкционных и коррозионно-стойких сталей в атмосфере аммиака и воздуха / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, А.Е. Межонов и др. // Известия вузов. Машиностроение,1986. С. 105—108.

2. **Коган Я.Д., Ешкабилов Х.К.** Оксиазотирование металлических изделий // Упрочняющие технологии и покрытия. 2006. № 6. С. 10—16.

3. **Петрова Л.Г., Александров В.А., Фомина Ю.Г.** Особенности формирования азотированного слоя при обработке конструкционных сталей в среде аммиака и воздуха // Упрочняющие технологии и покрытия. 2005. № 2. С. 5—9.

4. **Лахтин Ю.М.** Оксиазотирование (нитрооксидирование) // Металловедение и термическая обработка металлов. 1994. № 9. С. 2—5.

5. **Spies H.-J., Vogt F.** Gasoxinitrieren hochlegierter Stable // HTM. 1997. № 52. S. 342—349.

6. **Gemma K., Kawakami H., Hagiwara M.** Effect of $NH_3 - O_2$ gas mixtures on the protective oxide film on high chromium alloy steel // Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 1993. № 24. P. 378—385.

7. **Александров В.А., Богданов К.В.** Азотирование инструмента из высокохромистых и быстрорежущих сталей // Упрочняющие технологии и покрытия. 2005. № 5. С. 14—20.

8. **Разработка** комплекса методов исследования структуры и свойств упрочненных материалов и поверхностных слоев / В.А. Александров, Л.Г. Петрова, Т.П. Лохова, Л.П. Шестопалова // Упрочняющие технологии и покрытия. 2007. № 4. С. 44—56.

9. **Шестопалова Л.П., Петрова Л.Г., Малахов А.Ю.** Современные методы исследования структуры и фазового состава упрочненных слоев после химико-термической обработки // Упрочняющие технологии и покрытия. 2013. № 1. С. 29—38.

10. **Петрова Л.Г., Александров В.А., Барабанов С.И.** Аналитический комплекс для экспериментальных исследований структуры и свойств металлов после ХТО // Вестник ХНАДУ. 2011. Вып. 54. С. 60—72.

11. **Фрейман Л.И., Макаров В.А., Брыскин И.Е.** Потенциостатические методы в коррозионных исследованиях и электрохимической защите. Л.: Химия, 1978. 58 с.

12. **Шестопалова Л.П.** Закономерности взаимодействия контролируемых окислительных атмосфер с металлами и сплавами и их влияние на формирование модифицированного слоя при азотировании // Металловедение и термическая обработка металлов. 2010. № 5. С. 46—52.

13. **Белоцкий А.В., Пермяков В.Г., Самсанюк И.М.** Некоторые особенности строения нитрида железа // Металлофизика. Киев. Вып. 38. 1971. С. 73—75.

14. **Weissohn K.H., Winter K.-M.** Nitrieren—Nitrocarburieren, Gaswaerme International. 8/2002. P. 328—336.

15. **Теория** и технология азотирования / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, Г.-И. Шпис, З. Бемер. М.: Металлургия, 1991. 320 с.

16. **Лужнов Ю.М., Александров В.Д.** Основы триботехники. М., МАДИ, 2013. 136 с.

УДК 621.793: 621.762

В.Г. Миронов, Г.Т. Шилов, Ж.Б. Ильмалиев, К.Р. Омурбекова
(ТОО "KBTU Metallum", Алматы, Казахстан)
E-mail: kbtumetallum@mail.ru

Оптимизация состава и способа получения нового наплавочного самофлюсующегося порошкового сплава на основе железа с введением лигатуры хром—бор

Проведена оптимизация состава нового композиционного сплава с введением лигатуры хром—бор и определены условия формирования сплава. Определены условия фазообразования и структуры нового композиционного наплавочного материала с боридным упрочнением при механическом легировании. Получен следующий рациональный состав нового порошкового наплавочного сплава: Fe — 32...40 %; C — 1,1...1,4 %; Cr — 14...15 %; Si — 2...3 %; B — 2...2,9 %; Ni — 30...32 %, Cu — 2...3 % с твердостью 30...44 HRC.

Ключевые слова: *самофлюсующийся сплав, газопорошковая наплавка покрытия, борид хрома, структура, микротвердость, износостойкость.*

The optimization of the composition of a new composite alloys with the injection of ligatures chromium—boron and defines the conditions of formation of the alloy. The conditions for phase formation and structure of a new composite filler material with boride hardening during mechanical alloying. Received the following rational part of the new powder filler alloys: Fe — 32...40 %; C — 1.1...1.4 %; Cr — 14...15 %; Si — 2...3 %; B — 2...2.9 %; Ni — 30...32 %, Cu — 2...3 % with a hardness of 30...44 HRC.

Keywords: *self-fluxing alloy, gas-powder surfacing coatings, chromium boride, structure, microhardness, wear resistance.*

Введение

В настоящее время в ремонтном производстве, в частности на железнодорожном транспорте, наблюдается большая потребность в новых порошковых наплавочных материалах для ремонта деталей и узлов подвижного состава. Они отличаются от традиционно используемых наплавочных материалов возможностью нанесения тонкослойных упрочняющих покрытий без оплавления основного металла. Использование самофлюсующихся порошковых сплавов для газопламенного нанесения покрытий сдерживается из-за их высокой стоимости, так как основу этих сплавов составляют никель, кобальт, медь. Это обусловливает актуальность разработки нового наплавочного самофлюсующегося порошкового сплава на основе железа. Разработка самофлюсующихся порошковых наплавочных материалов на основе железа, получаемых методом механического легирования, является перспективной задачей [1, 3]. Ее решение позволит поднять технический уровень ремонтного производства, так как железо — наиболее дешевый материал по сравнению с никелем, кобальтом, а предлагаемый метод не требует дорогостоящего оборудования и больших производственных площадей. Актуальность данного исследования заключается в создании наплавочного сплава многофункционального назначения с различными технологическими свойствами [2].

Экспериментальные исследования

Целью данной работы является разработка технологии получения нового сплава на основе ранее разработанного самофлюсующегося порошкового наплавочного сплава ПГ-Ж40 с введением в его состав упрочняющей добавки — борида хрома (CrB_2) и исследование закономерности влияния этой добавки на формирование структурно-фазового состава и свойств газопламенных покрытий.

Для отработки технологии получения нового сплава с лигатурой CrB_2 использовали самофлюсующийся порошковый наплавочный сплав марки ПГ-Ж40 с фракцией 50...160 мкм, который имеет следующий химический состав: Fe — 38 %; Cr — 15,0 %; Si — 3,1 %; B — 2,9 %; Ni — 33 %; Cu — 4 %; V — 4,0 %.

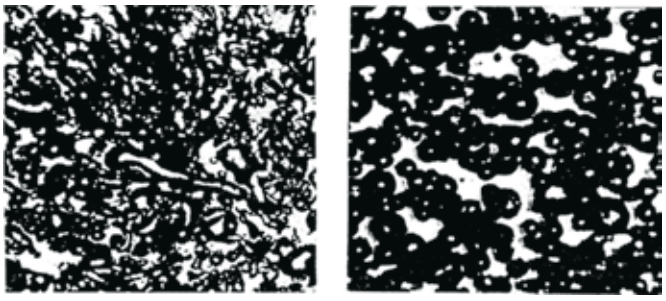
В качестве упрочняющей добавки применена лигатура следующего химического состава: Cr — 83,43 %; Ti — 0,08 %; Fe — 0,47 %; Ni — 1,02 %; B — 15 %. Лигатуру измельчали в течение 5 мин в лабораторной планетарной мельнице в среде спирта, используя размольные тела — шары шарикоподшипников 5...8 мм, при соотношении массы порошковой смеси и шаров 1:3. После размола средний размер частиц CrB_2 составил 10...30 мкм.

Для экспериментальных работ были подготовлены три варианта шихты.

Шихта представляет собой механическую смесь компонентов исходного состояния нового сплава марки ПГ-Ж40 и упрочняющей добавки CrB_2, подвергающуюся механическому легированию в аттриторе. В первом варианте шихты содержится 10 % упрочняющей добавки CrB_2 во втором — 20 %, в третьем — 30 %.

Обработку шихты в аттриторе проводили при следующем режиме: частота вращения мешалки — 340 мин$^{-1}$; диаметр шаров — 5 мм; отношение массы шихты к массе шаров — 1/18; время обработки — 2 ч.

После проведения механического легирования были получены композиционные порошковые материалы с размером частиц 10...20 мкм. Гомогенизированная структура порошковой смеси при механическом легировании нового наплавочного порошкового сплава в аттриторе достигается при размерах частиц от 10...20 мкм. Существующее оборудование для газопламенной наплавки или напыления требует применения наплавочных порошков размером 50...160 мкм. Таким образом, материал, полученный методом механического легирования в аттриторе, размером 10...20 мкм неприемлем для выполнения газопламенной наплавки или напыления при создании покрытий. В связи с этим материал, полученный в аттриторе, был подвергнут сфероидизации до требуемых размеров.



а) *б)*

Рис. 1. Микроструктура порошка ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2:
а — полученного в аттриторе; *б* — после сфероидизирующей обработки в планетарной мельнице

Сфероидизацию порошка проводили на лабораторном планетарном грануляторе. В планетарном грануляторе АО "КБТУ" имеются два барабана, вращающихся одновременно вокруг центральной и вокруг собственных осей в противоположном направлении. Исследования показали, что процесс сфероидизации сильно зависит от рабочих параметров планетарного гранулятора, давления на частицу вещества, ускорения, времени обработки предварительного прокаливания, твердости конгломерированного порошка, от демпфирующих свойств композиционного материала. При определенных сочетаниях рабочих параметров достигается высокая степень сфероидизации, более 90 %, что позволяет выделить в порошке до 70 % частиц требуемых размеров. Тогда как в исходном материале ПГ-Ж40 наибольшую весовую долю (40 %) составляет фракция размером частиц менее 50 мкм. На рис. 1 приведены фотографии структур исходного и сфероидизированного порошка.

Результаты ситового анализа приведены на рис. 2. Основную фракцию сфероидизированного порошка (70 %) составляют частицы размером 50...160 мкм, тогда как в исходном материале ПГ-Ж40 наибольшую весовую долю (40 %) составляет фракция с размером частиц менее 50 мкм.

Подготовка к испытанию экспериментальных составов порошков с боридным упрочнением для газопорошковой наплавки производилась по ГОСТ 21448—75 "Порошки из сплавов для наплавки. Технические условия". Наплавка производилась пропано-кислородной горелкой с наконечником № 5, изготовленной по ТУ 200 Каз. ССР 210—84 согласно патенту № 1276 РК. Конгломерование исходных порошков со связкой выполнялось в сле-

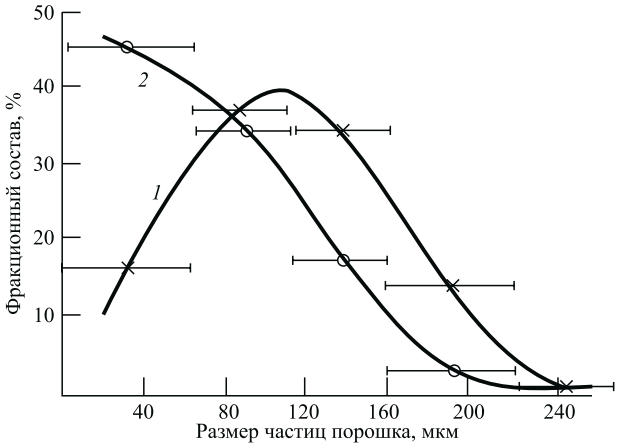


Рис. 2. Фракционный состав сфероидизированных и исходных порошков ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2:
1 — сфероидизированный порошок; *2* — исходный порошок ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2

дующей последовательности [4]. На первой стадии производилось смешивание исходных порошков в планетарном шнековом смесителе для получения гомогенной смеси. Затем порошковая смесь была подвергнута механическому легированию в аттриторе. Конгломерирование исходных порошков с последующим смешиванием с органической связкой до тестообразного состояния выполнено в двухроторном смесителе СЛ/100-Z. Полученный материал пропускался через протирочное сито с образованием гранул размером 2...3 мм, которые были в дальнейшем подвергнуты спеканию в камерной печи LH15/12 при температуре 700 °С в течение 4...5 ч. Полученные конгломераты измельчались и просеивались. Готовый продукт представляет собой порошок фракцией 50...150 мкм. Крупные частицы подлежат повторному измельчению. Для повышения прочности порошка из смеси с малым содержанием пластичной компоненты в нее добавляли связующее вещество в количестве 1...2 %.

Для связующих веществ в качестве параметров оптимизации приняты температура сушки и прочность высушенной связки.

Основное назначение связки — образовывать конгломерат из различных частиц. Кроме того, связка в зависимости от ее типа и количества может предохранять конгломерат от разложения, вступать в химическую реакцию, участвовать в синтезе элементов покрытия. Связующее вещество в конгломерированных порошках должно обеспечивать частице прочность при воздействии высоких температур газового пламени, не должно приводить к разрушению конгломерата при напылении и наплавке. Связующее вещество не должно вносить вредные примеси в покрытие.

Исследование зоны сплавления нового сплава с боридным упрочнением проводилось с помощью металлографического микроскопа при увеличениях в 200 и 500 крат. Шлиф был подготовлен из образца, наплавленного порошковым конгломерированным сплавом следующего состава: 90 % ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2. На рис. 3 видны границы диффузионной зоны наплавленного сплава. Образовавшиеся слои диффузионной зоны являются, по-видимому, следствием протекания перитектических реакций согласно диаграмме состояния системы Fe—Ni—Cr—B.

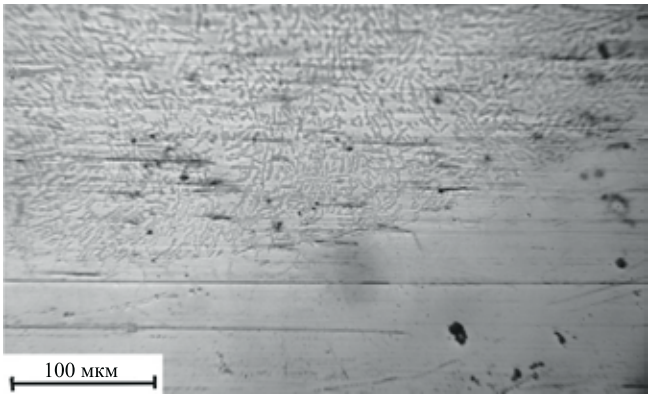


Рис. 3. Микроструктура наплавленного металла (90 % ПГ-Ж40 + + 10 % CrB2) на основной металл, × 500

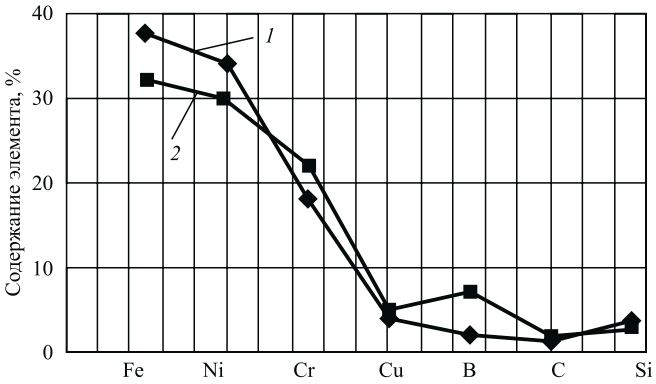


Рис. 4. Химический состав наплавленного сплава:
1 — порошковый сплав ПГ-Ж40; *2* — порошковый сплав ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2

Введение в наплавочный сплав ПГ-Ж40 упрочняющей добавки 10 % CrB_2 приводит к перераспределению его химического состава [2]. Металлографическим исследованием установлено, что по мере приближения к основе в покрытии снижается концентрация Ni и Fe и повышается содержание Cr. Остальные элементы в сплаве соответствуют их содержанию в исходном порошке. Влияние добавки CrB_2 на изменение химического состава сплава на основе ПГ-Ж40 показано на рис. 4.

Также была измерена микротвердость по шкале Виккерса на стальной подложке, в диффузионной зоне и на наплавленной поверхности исследуемого порошкового сфероидизированного сплава, упрочненного CrB_2.

Рис. 5. Размер отпечатка на шлифе

Микротвердость измерялась микротвердомером ПМТ-3 по ГОСТ 9450—76 методом статического вдавливания перпендикулярно слою покрытия индентора при нагрузке 10 кгс. Микротвердость покрытия определялась на шлифе образца с наплавленным сплавом толщиной 1...2 мм по четырем измерениям диагонали отпечатка (рис. 5).

Полученные значения микротвердости наплавленной поверхности в зоне сплавления исследуемого образца приведены в таблице. Разброс микротвердости составляет 456...530 HV. Подтверждается однородность структуры по всему объему.

При наплавке сплавом ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2, прошедшим аттриторную обработку, отмечается увеличение твердости в наплавлении от диффузионной зоны к наплавленной поверхности металла с 370 до 547 HV.

Результаты замеров микротвердости HV 10 исследуемого образца

Отпечаток	Стальная подложка	Диффузионная зона	Поверхность образца с наплавленным сплавом ПГ-Ж40 с 10 % добавки CrB_2
1	382,72	381,40	456,72
2	362,75	426,57	470,63
3	375,41	428,62	530,29
4	359,34	443,42	485,18
Среднее значение	370,34	420,00	546,96

Следует отметить увеличение микротвердости в направлении к наплавленной поверхности исследуемого образца.

Металлографический анализ был проведен для образца, наплавленного сплавом ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2. Микроанализ проводился на металлографическом микроскопе Neophot-32 при увеличениях в 200 и 500 крат.

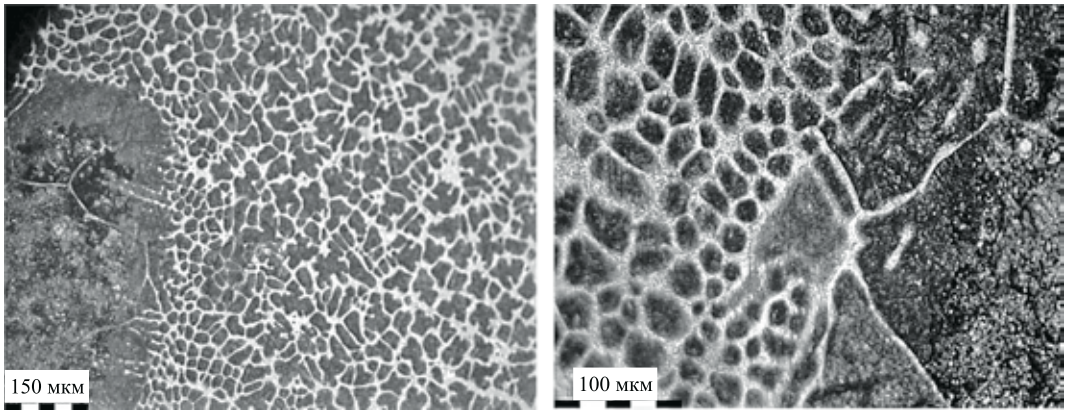
Как показано на рис. 6, на поверхности можно увидеть однородную полиэдрическую, равноосную блочную структуру с переходной из крупнозернистой в мелкозернистую структуру зоной, местами имеются частички твердого раствора меди. Вдоль границ зерен наблюдаются цепочки многочисленных выделений избыточных фаз двух типов: темных и реже светлых. Возможно, это карбиды, бориды железа и хрома.

На рис. 6 видно, что в микроструктуре сплава наблюдаются крупные зерна, которые состоят из ультрамелкозернистых субзерен. Полиэдрические зерна феррита — твердый раствор углерода в α-железе и перлит — возможно, это эвтектоидная смесь феррита с карбидом железа и хрома.

Фазы, сформированные в основном внутри зерен и по границам зерен, на отдельных участках увеличиваются в размерах до 1 мкм, образуя блочную структуру.

Необходимость проведения лабораторных износных испытаний разработанного порошкового сплава ПМ-Ж40 с боридным упрочнением вызвана отсутствием данных по его износостойкости. Для проведения экспериментов были изготовлены образцы из стали 45 с закаленной поверхностью и незакаленные. На поверхность незакаленных образцов наносили наплавочной горелкой разработанный порошковый сплав. Затем наплавленные и закаленные образцы были прошлифованы для получения шероховатости поверхности в пределах 8—9 классов. Исследуемые образцы (диски), изготовленные из стали 45, подготавливались различными методами (закалкой до твердости 45 HRC, наплавкой порошковым самофлюсующимся материалом следующего химического состава: углерод — 1,1...1,4 %; хром — 22...23 %; никель — 30...32 %; кремний — 2...2,9 %; бор — 3,8...4,4 %; медь — 3...4 %; основа — железо.

Исследуемые образцы устанавливали на нижнем



Увеличение 200 Увеличение 500

Рис. 6. Микроструктура слоя, наплавленного сплавом ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2

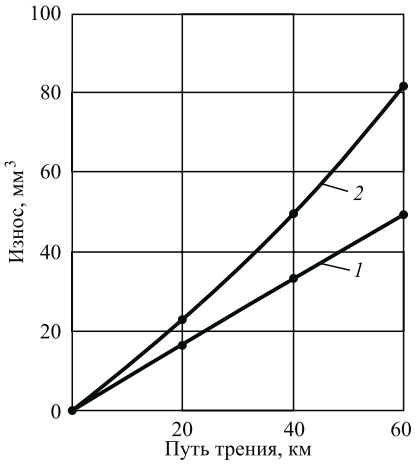


Рис. 7. Интенсивности изнашивания нового сплава и стали:
1 — новый сплав ПГЖ-40 + 10 % CrB_2; *2* — сталь 45, твердость 45 HRC

валу машины трения 2070-МСЦ-1 и приводили во вращение с помощью электродвигателя постоянного тока. Верхний образец (колодку) изготавливали из стали 20ГЛ, твердостью 160 НВ и обрабатывали тонкой расточкой (Ra = 0,16...0,25 мкм).

Специальным устройством к месту контакта трущихся поверхностей непрерывно подавалась суспензия для контртела, состоящая из смеси масла ДЛ-11 и пылевидного кварца (30 г кварца на 1 кг масла). Через каждые 5 ч работы суспензию полностью заменяли, чтобы исключить снижение абразивной способности, связанное с измельчением частиц кварца. Перед испытанием поверхность образца обрабатывали алмазными пастами, а колодочки прирабатывались по образцу такого же диаметра. Эталоном для оценки сравнительной интенсивности изнашивания служил образец из стали 45, закаленной до твердости 45 HRC.

Износ контртела и образцов для испытаний определялся с помощью аналитических весов ВА-200.

В целом результаты испытаний показали, что износостойкость покрытия из сплава ПГ-Ж40 с боридным упрочнением в 1,6 раза выше по сравнению с закаленной сталью.

На рис. 7 приведены результаты оценки износа образцов с наплавленной поверхностью и закаленной до твердости 45 HRC поверхностью в паре с колодками из стали 20ГЛ. Они позволили предположить, что при работе деталей в узлах трения можно не опасаться снижения их долговечности в результате износа детали, восстановленной наплавкой сплавом ПГ-Ж40 + 10 % CrB_2.

Преимущества данного материала заключаются в возможности качественного нанесения тонких покрытий (от 0,1 до 3 мм) с ровной поверхностью без расплавления основного металла, хорошей газовой и флюсовой защите наплавочной ванны, сохранении исходного состава наплавленного материала, высоком коэффициенте использования порошка (до 80 %). Новый наплавочный сплав обладает самофлюсующимися свойствами.

Опытное апробирование разработанного сплава ПГ-Ж40 (АО "КБТУ") проведено на производственных предприятиях по ремонту автосцепных устройств грузовых, пассажирских вагонов и спецподвижного состава: АО "Алматинский вагоноремонтный завод", Кушмурунское вагоноремонтное депо АО "Казтемиртранс", на базе ТОО "Ремплазма" г. Петропавловск. Разработанный сплав был применен для восстановления деталей различных машин и механизмов: рабочих поверхностей лопаток паровой турбины К-500-240, соединительного звена баровой цепи щебнеочистительной машины, лемеха культиватора и т.д.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Исследование** процессов механического легирования при получении композиционных материалов с наноразмерными упрочняющими частицами / В.А. Попов, В.А. Зайцев, А.С. Просвиряков и др. // Наноструктурированные материалы и функциональные покрытия. 2010. № 1. С. 48—52.

2. **Влияние** добавок TiB_2 на структуру и свойства пламенных покрытий на основе Ni—Cr—Si—B / А.П. Уманский, А.Е. Герентьев, М.С. Сторонженко, А.А. Бодаренко // Авиационно-космическая техника и технология. 2012. № 10. С. 50—54.

3. **Получение** порошков для газотермических покрытий методами механического синтеза и механического легирования / Ю.С. Борисов, А.Л. Борисова и др. // Сварочное производство. 2010. № 12. С. 18—21.

4. **Газотермическое** напыление композиционных порошков / А.Я. Кулик, Ю.С. Борисов, А.С. Мнухин, М.Д. Никитин. Л.: Машиностроение, 1985. С. 199.

УДК 666.3.016 + 666.3.022

О.Д. Амелина, С.Б. Нестеров
(ОАО "НИИ вакуумной техники им. С.А. Векшинского", г. Москва)
E-mail: sbnesterov@niivt.ru

Разработка бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 (группы ВК100): расчетно-экспериментальное определение размера частиц порошка минерализатора для изготовления керамической шихты

Для разработки бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 в качестве основного оксида керамической шихты был выбран неметаллургический глинозем марки "ГН", характеризующийся высоким содержанием α-формы Al_2O_3 (ГОСТ 30559—98). Получены значения среднего объемного, количественного и поверхностного диаметров частиц порошков глинозема "ГН": промышленного и измельченного до удельной поверхности 6000...6500 см²/г, а также рассмотрены особенности их морфологического строения. Вычислены гранулометрические характеристики порошка минерализатора для изготовления керамического порошка марок ВК100-1 и -2 по бесспековой технологии с равномерным распределением частиц его исходных компонентов.

Ключевые слова: *вакуумплотная корундовая керамика марок ВК100-1 и -2, группа ВК100, бесспековая технология, модельная укладка частиц двухкомпонентного порошка, керамическая шихта, неметаллургический глинозем марки ГН-1.*

To develop non-sintering technology of vacuum-tight corundum ceramics VC100-1 and VC100-2 non-metallurgic alumina GN was chosen as the main oxide of ceramic charge. GN is characterized by the high content of α-forms Al_2O_3. Values of medium volumetric, quantitative and surface particle diameter of alumina powder GN are obtained: industrial and grinded to specific surface 6000...6500 cm²/g. Features of their morphology are viewed. Granulometric characteristics of mineralizer powder are calculated to produce ceramic powder VC100-1 and VC100-2 using non-sintering technology with uniform particle distribution of initial components.

Keywords: *vacuum-tight corundum ceramics grade VC100-1 and VC100-2, group VC100, non-sintering technology, model arranging of particles of the two-component powder, ceramic charge, nonmetallurgical alumina GN-1.*

Введение

Для того чтобы определить размер частиц порошка минерализатора, необходимого для получения керамической шихты ВК100 (Al_2O_3 — 99,7 %; MgO — 0,3 %) по бесспековой технологии с равномерным распределением частиц порошков исходных компонентов, в работе [1] нами была предложена модельная укладка частиц порошка основного оксида в соответствии с расположением жестких (недеформированных) сфер фиксированного радиуса в гранецентрированной кубической (ГЦК) и гексагональной плотнейшей (ГПУ) упаковках, характеризующихся наивысшей степенью заполнения пространства — 74,05 %. В данной модели при укладке частиц порошка минерализатора — оксида магния в пустоты, образующиеся между частицами порошка оксида алюминия, отношение объема частиц исходных порошков шихты ко всему объему керамического порошка, включая и пустоты между всеми частицами, будет наибольшим по сравнению с другими возможными упаковками.

Таким образом, согласно созданной нами математической модели [1] в керамическом порошке ВК100 к каждой частице порошка α-Al_2O_3 примыкает частица порошка минерализатора, радиус которой не должен составлять больше чем 0,225 и 0,414 от радиуса частиц основного оксида для заполнения соответственно тетраэдрических и октаэдрических пустот между частицами порошка α-Al_2O_3.

Необходимо отметить, что некоторые литературные источники свидетельствуют об использовании других подходов к моделированию укладки частиц порошкового тела. Например, в работе [2] авторы для описания пространственной модели упаковки порошкового тела и последовательностей стадий его спекания использовали простейшую пространственную модель упаковки сферических частиц — кубическую, которая, в свою очередь, согласовывалась с пористостью реальных изу-

чаемых заготовок. Модель структуры отформованного без значительного давления между дисперсными частицами керамического полуфабриката предложили авторы статьи [3]. Для этого они рассмотрели кластерную модель структуры порошковых материалов на базе двух- и трехмерных систем из хаотически уложенных кругов (сфер) одинакового диаметра, в которой частицы с максимальным координационным числом образуют вокруг себя слой из частиц с ближайшими к максимальному координационными числами.

При разработке бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 (группы ВК100) одной из первых технологических задач является выбор сырьевого компонента с высоким содержанием α-формы Al_2O_3 для использования его в качестве основного оксида керамической шихты.

Отмечается, что для получения достаточно высокой прозрачности керамики ВК100-1 можно использовать Al_2O_3 с чистотой не ниже 99,5 %, но лучшие результаты получены при применении более чистого сырья. Что касается гранулометрического состава порошка основного оксида (Al_2O_3), то он должен состоять из агрегатов минимального и одинакового размера (1...2 мкм) и иметь сферическую форму. Наличие в порошке оксида алюминия частиц размером 5 мкм и более даже в небольших количествах (5...10 %) приводит в прозрачной керамике к неоднородности микроструктуры и оптических свойств [4].

Многочисленные исследования влияния строения и состава порошков на спекание, микроструктуру и свойства технической керамики позволили сформулировать требования к так называемым "идеальным" порошкам для изготовления керамики с наилучшими показателями [5]:

высокая чистота;

размер агрегатов должен составлять десятые доли микрона;

агрегаты должны иметь шарообразную форму;

агрегаты не должны слипаться и увеличиваться в размере с течением времени;

распределение компонентов по объему или поверхности частиц в агрегатах должно быть равномерным.

Такие порошки изготавливаются в настоящее время лишь в лабораторных условиях небольшими партиями с помощью различных химических методов, поэтому при разработке новых материалов и технологий на основе оксида алюминия пока приходится ориентироваться на использование промышленных порошков глинозема, применяя модифицирующие добавки определенных состава и дисперсности [6].

Сейчас на рынке сырьевых материалов реализуются отечественные и импортные марки глинозема с высокой массовой долей α-формы Al_2O_3 и низким содержанием примесей щелочных металлов. Принимая во внимание современную тенденцию к импортозамещению при выборе сырьевого компонента основного оксида керамической шихты ВК100, в работе по разработке бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 был использован стабильно выпускаемый отечественной промышленностью в соответствии с ГОСТ 30559—98 (см. таблицу) неметаллургический глинозем марки "ГН". Данный стандарт устанавливает использование глинозема "ГН" для производства электроизоляционных, электро- и радиокерамических изделий, специальных видов керамики и огнеупоров.

Постановка работы по расчетно-экспериментальному определению размера частиц порошка минерализатора для изготовления керамической шихты ВК100 по бесспековой технологии

Основной целью работы по бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и -2 является изучение микроструктурных, механических и электрофизических свойств образцов керамики группы ВК100, полученных по бесспековой технологии, с последующей оценкой пригодности новой технологии для изготовления вакуумплотной корундовой керамики. Поэтому было важно изготовить керамические порошки ВК100 по традиционной (спековой) [1] и усовершенствованной (бесспековой) технологии с сопоставимыми друг другу значениями удельной поверхности. В противном случае невозможен объективный сравнительный анализ свойств готовых керамических образцов, полученных по этим технологиям, из-за неодинаковых начальных условий формирования керамической структуры.

Проведенное нами ранее исследование гранулометрического и фазового составов производственного порошка марок ВК100-1 и -2 [7] показало, что для изготовления керамики группы ВК100 по спековой (традиционной) технологии можно использовать керамический порошок с удельной поверхностью 6000...6500 см²/г, характеризующийся преобладающим содержанием

Физико-химические показатели глинозема марки "ГН" в соответствии с ГОСТ 30559—98

Массовая доля примеси, %, не более			Потеря массы при прокаливании (300...1100 °С), %, не более	Массовая доля α-Al_2O_3, %, не менее	Массовая доля монозерен, слагающих агрегаты, %, не менее	
SiO_2	Fe_2O_3	Сумма Na_2O + K_2O в пересчете на Na_2O			до 5 мкм	до 10 мкм
0,1	0,03	0,1	0,2	94	90	—

частиц в интервале размеров от 1 до 6 мкм. При этом средний диаметр частиц по объемному распределению составляет 3,5 мкм, а по количественному — 0,72 мкм; средний поверхностный диаметр частиц равен 2,16 мкм.

Следовательно, реализовывая бесспековую технологию изготовления керамики группы ВК100, необходимо, во-первых, чтобы керамический порошок характеризовался значением удельной поверхности 6000...6500 см^2/г, а во-вторых, чтобы равномерное распределение частиц порошка минерализатора в объеме частиц глинозема было достигнуто как в течение, так и после операции по приготовлению шихты. Учитывая, что керамический порошок ВК100 по бесспековой технологии состоит на 99,7 % мас. из частиц порошка глинозема марки "ГН", целесообразно отнести обозначенное для достижения значение удельной поверхности к порошку глинозема марки "ГН". Поэтому в целях определения необходимых гранулометрических характеристик порошка минерализатора — оксида магния для изготовления керамического порошка ВК100 по бесспековой технологии рассмотрим данные объемного распределения частиц порошка глинозема марки "ГН" до и после его помола (рис. 1, 2).

Исследование гранулометрического состава и морфологии порошков глинозема марки «ГН»

Исследование гранулометрического состава порошка глинозема марки "ГН" перед помолом показало наличие в нем следующих частиц. Содержание частиц размером до 60 мкм в анализируемой пробе достигает 40 %, частиц в интервале от 60 до 125 мкм — 55 %, а сравнительно большие частицы: с размерами 148, 176 и 209 мкм составляют оставшиеся 5 % от числа всех частиц (см. рис. 1). Средний диаметр частиц порошка глинозема "ГН" до помола по объемному распределению составляет 66 мкм, а по количественному — 11 мкм. Средний поверхностный диаметр частиц равен 36,53 мкм.

Гранулометрический состав измельченного до удельной поверхности 6000...6500 см^2/г порошка глинозема "ГН" является значительно более узкофракционным — размеры всех частиц лежат в интервале от 0,344 до 16 мкм. Преобладающими по содержанию являются частицы от 1 до 6 мкм. Суммарная доля частиц от 6 до 16 мкм составляет не более 13 % от числа всех частиц анализируемой пробы порошка (см. рис. 2). Средний диаметр частиц порошка глинозема "ГН" после помола по объемному распределению составляет 3,37 мкм, а по количественному — 0,787 мкм. Средний поверхностный диаметр частиц равен 2,18 мкм.

Морфологические особенности порошка глинозема марки "ГН" до и после измельчения, а также структурированность его частиц и агломератов представлены снимками с разным увеличением (рис. 3, 4), полученными с помощью сканирующей электронной микроскопии.

Проба порошка глинозема "ГН" до помола для исследования была отобрана непосредственно от используемой партии сырья. Отдельные частицы этого порошка имеют неправильную форму со скошенными ровными гранями. Ребра скругленные, без острых кромок. Характерно, что относительно крупные частицы в изучаемом образце представлены в виде округлых пластин неправильной формы. Промышленный порошок глинозема "ГН" заметно агломерирован и неоднороден по своей структуре (см. рис. 3, *а*, *б*).

Измельченный до удельной поверхности 6000...6500 см^2/г порошок глинозема марки "ГН" отличается упорядоченным фракционным составом. На микрофотографиях порошка (см. рис. 4) весьма точно определяются составляющие его частицы. Они сохраняют неправильную форму с ровными гранями и округлыми четкими ребрами. Частицы порошка находятся в непосредственной близости друг к другу, но при этом агломерации между ними не наблюдается. На фоне основных мелких частиц порошка глинозема "ГН" размером до 5 мкм в каждой исследуемой зоне его пробы присутствуют довольно крупные частицы: размером 10...15 мкм (см. рис. 4, *в*, *г*).

Расчетно-экспериментальное определение размера частиц порошка минерализатора для изготовления керамической шихты ВК100 по бесспековой технологии

Весьма сложной задачей при моделировании распределения частиц порошка минерализатора в объеме основного оксида керамической шихты ВК100, получаемой по бесспековой технологии [1], представляется нахождение радиуса сфер, которые смогут точно уместиться в тетраэдрических и октаэдрических пустотах, образованных частицами порошка глинозема "ГН" до и после помола, с помощью простых математических расчетов. Обусловлено это тем, что в порошке глинозема уже присутствуют частицы, размеры которых r удовлетворяют условиям $r = 0{,}225R$ и $r = 0{,}414R$ для размещения их в тетраэдрических и октаэдрических пустотах, образующихся между частицами порошка глинозема с радиусом R.

Вероятным способом решения данной задачи является создание специальной компьютерной программы визуализации, с использованием которой можно произвести демонстрацию возможных вариантов укладки частиц полидисперсного порошка глинозема "ГН" в соответствии с ГЦК- и ГПУ-упаковками его частиц, учитывая способность более мелких фракций порошка размещаться в пустотах между более крупными частицами [8], а также рассчитать количество характерных пустот и значения радиуса сфер для их заполнения. Результатом работы с подобной программой станет получение гистограммы объемного распределения частиц порошка минерализатора, отвечающей полному

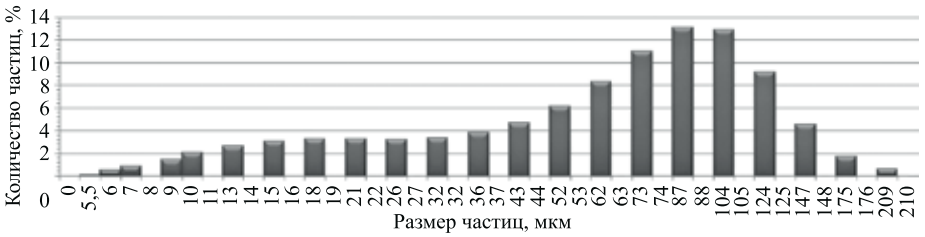


Рис. 1. Объемное распределение частиц порошка глинозема марки "ГН" до помола

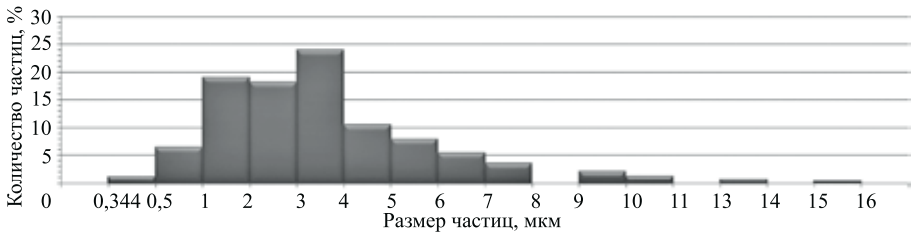


Рис. 2. Объемное распределение частиц порошка глинозема марки "ГН" с удельной поверхностью 6000…6500 см²/г

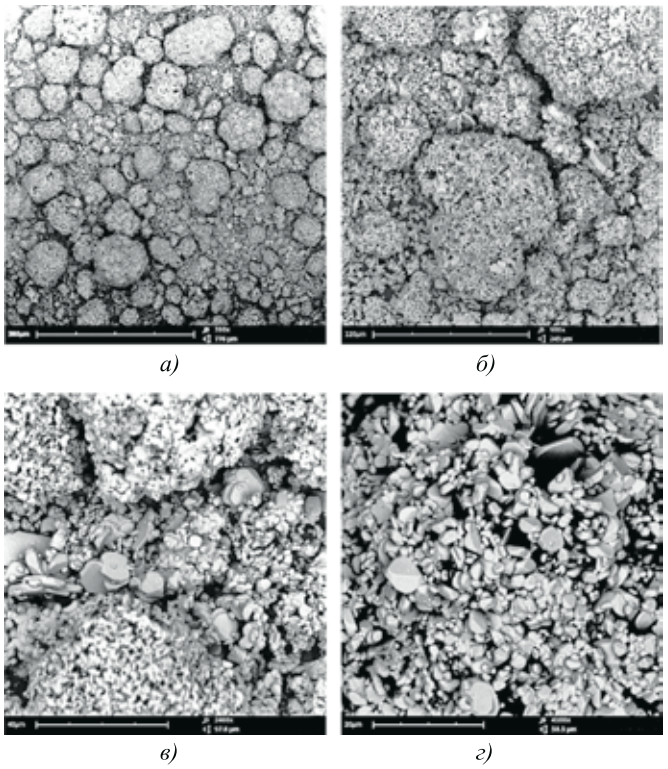


Рис. 3. Микрофотографии порошка глинозема марки "ГН" до помола при различном увеличении:
а — ×310; *б* — ×980; *в* — ×2460; *г* — ×4100

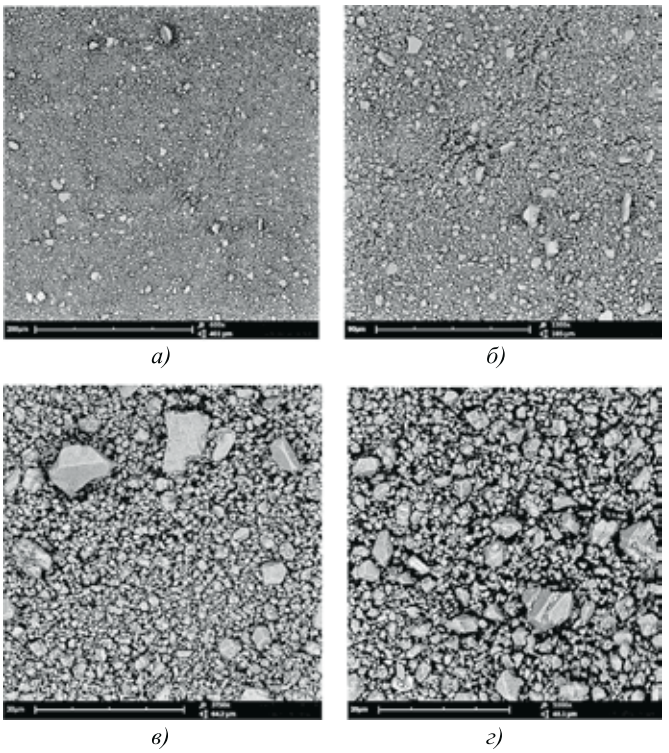


Рис. 4. Микрофотографии порошка глинозема марки "ГН" с удельной поверхностью 6000…6500 см²/г при различном увеличении:
а — ×600; *б* — ×1300; *в* — ×3750; *г* — ×5000

заполнению пустот между частицами порошка глинозема "ГН" в соответствии с данными гистограмм до и после помола этого порошка (см. рис. 1, 2).

Процесс создания подобной программы представляет собой отдельную научно-практическую работу, выполнение которой не входит в область задач для получения керамических материалов группы ВК100 по бесспековой технологии. Поэтому согласно ранее принятым условиям для построения модели распределения частиц порошка минерализатора в объеме основного оксида керамической шихты ВК100 в настоящей работе упаковка частиц порошка оксида алюминия получена частицами с размером, отвечающим среднему значению диаметра частиц порошка глинозема "ГН" до и после помола.

Таким образом, для того чтобы равномерно распределить порошок минерализатора в объеме глинозема "ГН" при проведении совместного измельчения компонентов керамической шихты ВК100, необходимо использовать порошок минерализатора со значениями среднего объемного, количественного и поверхностного диаметров частиц не более 14,85, 2,475 и 8,22 мкм для заполнения тетраэдрических пустот в порошке глинозема до помола и не более 27,32, 4,55 и 15,12 мкм для заполнения октаэдрических пустот в порошке глинозема до помола соответственно.

В измельченном порошке керамической шихты ВК100 согласно полученной модели равномерного распределения порошка минерализатора по объему частиц порошка основного оксида значения среднего объемного, количественного и поверхностного диаметров частиц порошка минерализатора для заполнения тетраэдрических пустот в порошке глинозема должны быть не более 0,76, 0,177 и 0,49 мкм; для заполнения октаэдрических пустот в порошке глинозема — не более 1,4, 0,326 и 0,9 мкм соответственно.

Заключение

1. Следует отметить тот факт, что в керамической шихте ВК100, получаемой по бесспековой технологии, в процессе проведения операции по совместному измельчению ее компонентов [1] изменения в гранулометрических показаниях претерпевает не только порошок глинозема марки "ГН", но и порошок минерализатора. При этом абсолютно непредсказуемо поведение частиц порошка минерализатора в измельчаемом порошке глинозема. Поэтому полученные модельные критерии гранулометрических характеристик порошка минерализатора требуют экспериментального подтверждения.

2. Очевидно, что для использования при изготовлении керамического порошка ВК100 по бесспековой технологии порошка минерализатора с гранулометрическими характеристиками, соответствующими полученным расчетно-экспериментальным способом согласно данным разработанной модели распределения частиц порошка минерализатора в объеме основного оксида керамической шихты ВК100, необходимо применить химические методы получения тонкодисперсных порошков.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Амелина О.Д., Нестеров С.Б.** Концепция разработки бесспековой технологии вакуумплотной корундовой керамики марок ВК100-1 и ВК100-2 (группы ВК100): математический аспект моделирования распределения частиц порошка минерализатора в объеме основного оксида керамической шихты // Наноинженерия. 2015. № 10. С. 29—34.

2. **Мосин Ю.М., Першиков С.А.** Пространственная модель для расчета продолжительности спекания по механизму вязкого течения // Стекло и керамика. 2005. № 5. С. 19—24.

3. **Крючков Ю.Н.** Структурная модель монодисперсных порошковых материалов // Порошковая металлургия. 1993. № 9—10. С. 66—73.

4. **Бакунов В.С., Лукин Е.С.** Особенности технологии высокоплотной технической керамики. Подготовка полуфабриката для спекания // Стекло и керамика. 2008. № 6. С. 18—23.

5. **Лукин Е.С.** Современная высокоплотная оксидная керамика с регулируемой микроструктурой. Ч. I. Влияние агрегации порошков оксидов на спекание и микроструктуру керамики // Огнеупоры и техническая керамика. 1996. № 1. С. 5—14.

6. **Прочная** корундовая керамика с пониженной температурой спекания / Е.С. Лукин, М.Б. Аяди, Н.А. Попова и др. // Огнеупоры и техническая керамика. 1996. № 10. С. 2—5.

7. **Амелина О.Д., Нестеров С.Б.** Исследование гранулометрического и фазового состава порошка шихты для изготовления группы керамических материалов марок ВК100-1 и ВК100-2 // Вакуумная техника, материалы и технология: Мат. IX Международ. науч.-техн. конф. / под ред. С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2014. С. 93—98.

8. **Grain** growth in high-purity alumina ceramics sintered from mixtures of particles of different sizes / P.A. Marchlewski, A.R. Olszyna, K.J. Kurzydlowski, B. Ralph. // Ceramics International. 1999. No. 25. P. 157—163.

ООО "Издательство "**Инновационное машиностроение**", 107076, Москва, Колодезный пер., 2а, стр. 2.
Учредитель ООО "Издательство "Инновационное машиностроение".
E-mail: utp@mashin.ru.
Web-site: www.mashin.ru.
Телефоны редакции журнала: (499) 268-47-19, 269-54-96.
Технический редактор *Беликова Е.И.* Корректор *Сажина Л.И.*
Сдано в набор 29.12.2015 г. Подписано в печать 17.02.16 г. Формат 60×88 1/8.
Бумага офсетная. Усл. печ. л. 5,88. Свободная цена.
Отпечатано в ООО "Канцлер", 15008, г. Ярославль, ул. Клубная, д. 4, кв. 49
Оригинал-макет: ООО "Адвансед солюшнз". 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1
Сайт: **www.aov.ru**