

МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ АЗОТИРОВАННОГО СЛОЯ НА БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ В УСЛОВИЯХ ГАЗОВОЙ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА

Исаев Дониёр Тошботирович

Навоийский государственный горно-технологический университет, PhD, доцент, doniyor_isayev@mail.ru

Атауллаев Азизжон Одилович

Навоийский государственный горно-технологический университет, PhD, доцент, aziz-217@mail.ru

Эрмаматова Рухшона Эркин кизи

Навоийский государственный горно-технологический университет, студент, doniyor_isayev@mail.ru

Аннотация. Азотирование быстрорежущих сталей в плазме вакуумно-дугового разряда улучшает износостойкость инструментов, формируя прочные азотированные слои. Процесс азотирования в плазме обладает рядом преимуществ, включая улучшение механических свойств и повышение коррозионной стойкости инструментов. Исследование влияния параметров процесса, таких как температура, напряжение, время обработки и состав плазмы, на свойства получаемого слоя позволяет оптимизировать технологию для повышения твердости и долговечности инструментов. Полученные азотированные слои значительно повышают устойчивость к износу и термическому разрушению, что особенно важно при обработке жаропрочных сплавов. В результате, инструменты, подвергнутые азотированию, обеспечивают более высокую точность обработки и значительно увеличивают ресурс работы, что способствует снижению затрат на эксплуатацию и обслуживание.

Abstract. Nitriding of high-speed steels in vacuum-arc discharge plasma improves the wear resistance of tools by forming durable nitrided layers. The plasma nitriding process has a number of advantages, including enhanced mechanical properties and increased corrosion resistance of tools. Investigating the effect of process parameters, such as temperature, voltage, treatment time, and plasma composition, on the properties of the resulting layer allows for the optimization of the technology to increase the hardness and service life of tools used for machining heat-resistant alloys. The nitrided layers significantly enhance resistance to wear and thermal degradation, which is especially important when processing heat-resistant alloys. As a result, tools subjected to nitriding offer higher processing accuracy and greatly extend the service life, reducing operating and maintenance costs.

Annotatsiya. Vakuum-yoy razryadi plazmasida tez kesuvchi po'latlarni azotlash asboblarning ishqalanishga chidamliligini yaxshilaydi va mustahkam azotlangan qavatlarini shakllantirishga imkon beradi. Bu jarayon mexanik xususiyatlarni yaxshilash va asboblarning korroziyaga chidamliligini oshirish kabi qator afzalliklarga ega. Azotlash jarayonining harorat, kuchlanish, ishlov berish vaqti va plazma tarkibi kabi parametrlarining hosil bo'lgan qavat xususiyatlariga ta'sirini o'rganish orqali texnologiyani optimallashtirish, ya'ni asboblarning qattiqligi va uzoq muddatli ishlash qobiliyatini yanada oshirish imkoniyati yuzaga keladi. Azotlash natijasida shakllangan qavatlar ishqalanishga va yuqori haroratdagi termik buzilishga chidamliligini sezilarli darajada yaxshilaydi, bu esa yuqori haroratga chidamli qotishmalarni qayta ishlash jarayonida ayniqsa muhim ahamiyatga ega. Azotlashdan o'tgan asboblarning ishlash berish aniqligini oshiradi, ularning xizmat muddatini bir necha bor uzaytiradi, va ekspluatatsiya hamda texnik xizmat ko'rsatish xarajatlarini kamaytirishga yordam beradi.

Ключевые слова. Азотирование, вакуумно-дуговой разряд, быстрорежущие стали, износостойкость, покрытие, микротвердость, плазма, нитриды, диффузия, фазовый состав.

Key words. Nitriding, vacuum arc discharge, high-speed steels, wear resistance, coating, microhardness, plasma, nitrides, diffusion, phase composition.

Kalit so'zlar. Azotlash, vakuum yoyi razryad, tezkisar po'latlar, yiyelishga bardoshlik, qoplama, mikroqattqlik, plazma, nitridlar, diffuziya, faza tarkibi.

ВЕДЕНИЕ

Азотирование -это процесс термической обработки, при котором азот проникает в поверхностные слои металла, образуя твердые растворы нитридов. Современные технологии, такие как вакуумно-дуговой разряд, позволяют улучшать структуру азотированных слоев, достигая большей толщины и твердости, что критично для быстрорежущих инструментов. Важно, чтобы азотированный слой обеспечивал прочность адгезионной связи между покрытием и матрицей инструмента.

Закономерности формирования поверхностного слоя быстрорежущих сталей при их азотировании в плазме тлеющего разряда достаточно хорошо изучены и описаны в целом ряде литературных источников [1, 2], а азотирование в газовой плазме двухступенчатого вакуумно-дугового разряда на сегодняшний день практически не изучено. Управление технологическими параметрами позволяет контролировать фазовый состав, толщину и микротвердость слоя, что влияет на эксплуатационные характеристики инструмента. Поэтому исследование формирования азотированного слоя в условиях вакуумно-дугового разряда является важной научной задачей.

Актуальность работы обусловлена необходимостью улучшения долговечности инструментов при обработке жаропрочных сплавов. Азотирование и нанесение износостойких покрытий играют ключевую роль в повышении износостойкости инструментов. Цель работы — улучшить стойкость быстрорежущих инструментов через комплексное упрочнение, включающее азотирование и нанесение покрытий.

Научная новизна заключается в разработке комбинированного процесса обработки быстрорежущих сталей с применением вакуумно-дугового разряда и легирования электронным пучком, что позволяет улучшить эксплуатационные характеристики инструментов.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Установка для комбинированной ионно-плазменной обработки быстрорежущих пластин

Для проведения эксперимента использовалась многофункциональная автоматизированная вакуумно-плазменная установка с двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом, оснащенная комплексом оборудования для измерения и контроля параметров процесса. В установке осуществлялись следующие этапы обработки: нагрев электронами, травление ионами аргона, ионное азотирование и нанесение износостойкого покрытия (Ti,Al)N. Все операции проводились в одной вакуумной камере. [3, 4].

На рис. 1 представлена принципиальная схема многофункциональной установки, а на рис. 2 ее общий вид.

Ход эксперимента

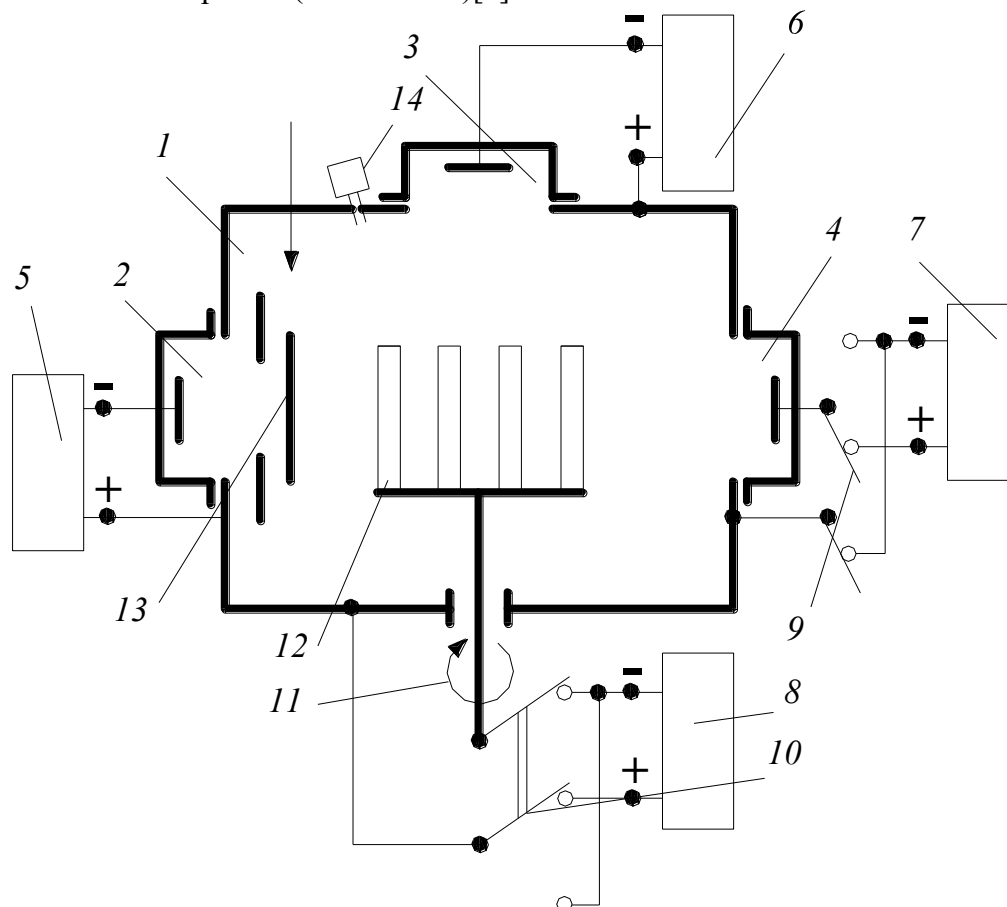
Процесс включал следующие стадии:

- Очистка образцов в ультразвуковой ванне с водным раствором щелочей, промывка в дистиллированной воде и ацетоне, сушка при 150°C [5].
- Размещение образцов в камере для азотирования, где они подвергались нагреву и обработке плазмой аргона и азота. После азотирования переходили к нанесению

покрытия из Ti,Al (Ti,Al)N.

- Для нанесения покрытия использовалась катодная дуга с различными катодами, содержащими Al от 10 до 90%.

В ходе эксперимента варьировались параметры процесса: температура азотирования (420–540°C), время азотирования (10–90 мин), концентрация азота (0,1–1,0) и время нанесения покрытия (40–120 мин)[6].



1- корпус вакуумной камеры; 2,3,4 – вакуумно-дуговые испарители; 5,6,7 – источники питания испарителей; 8 – источник питания подложки; 9,10 – переключатели; 11 – поворотное устройство; 12 – обрабатываемые инструменты; 13 – оптически непрозрачный экран; 14 – инфракрасный пирометр.

Рис. 1. Принципиальная схема установки для комбинированной ионно-плазменной обработки инструмента

Исследуемые материалы, станки и заготовки

Для испытаний использовались сменные пластины из быстрорежущей стали P18, P12M3K5Ф2-МП и ASP2060. Заготовки вырезались из углеродистых сталей 45 и 40X с твердостью HB 197-220 и готовились путем снятия припуска толщиной 5 мм. Испытания проводились на токарно-винторезном станке НТ 250 и вертикально-фрезерном станке НФ630.

Теоретические основы

Азотирование быстрорежущих сталей приводит к образованию диффузионного покрытия, состоящего из нитридной и диффузионной зон. Нитридный слой включает в себя фазы γ' -Fe₄N и ϵ -Fe₂₋₃N, которые отличаются высокой твердостью, но и повышенной

хрупкостью. Для режущих инструментов важно сформировать слой с более высокой прочностью, состоящий преимущественно из твердого раствора азота в α -железе [7]. В условиях вакуумно-дугового разряда можно эффективно управлять фазовым составом, толщиной и микротвердостью азотированного слоя.

Экспериментальная часть

Для проведения исследования использовалась быстрорежущая сталь P18. Азотирование было проведено в плазме вакуумно-дугового разряда с использованием различных смесей азота и аргона. Параметры эксперимента включали температуру (420-510°C), продолжительность (50-70 мин) и состав газовой смеси (от 10% до 100% N_2). Фазовый состав и структура формируемого слоя исследовались с помощью рентгеноструктурного анализа (RSA) и металлографических методов.

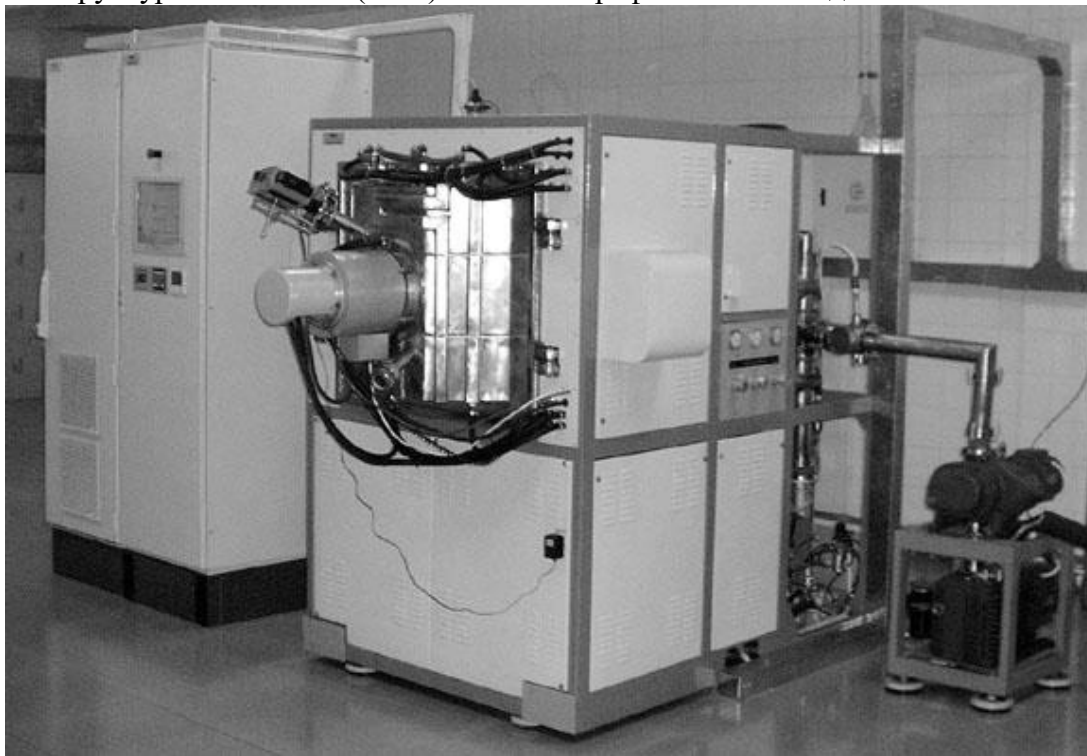


Рис. 2. Общий вид установки для комбинированной ионно-плазменной обработки инструмента.

Азотирование в плазме вакуумно-дугового разряда

Эксперимент включал азотирование образцов в вакуумно-дуговом разряде, где использовались различные смеси азота и аргона [7]. Важным моментом является то, что газовая смесь могла варьироваться по содержанию азота, что позволяло изменять структуру и характеристики формируемого азотированного слоя. В процессе азотирования также были варьированы параметры, такие как температура и время, что позволило исследовать их влияние на свойства слоя.

Используемые газовые смеси

Для азотирования использовались следующие газовые смеси:

- 100% азот (N_2),
- Смеси с различным содержанием азота (например, 80%, 60%, 40% и 20% азота с добавлением аргона).

В табл. 1 представлены данные рентгеноструктурного анализа азотированного слоя, формирующегося при использовании газовых смесей с различным содержанием N_2 и Ar.

Таблица 1

Фазовый состав поверхностного слоя быстрорежущей стали P18 после азотирования в различных газовых средах с различным содержанием N₂ % ат. (температура азотирования 450°C, время азотирования 1 час)

Фаза	Объемная доля (%) в слое		
	100% N ₂	40% N ₂ и 60% Ar	10% N ₂ и 90% Ar
<i>Съемка с СиКа-излучением методом скользящего пучка ($\alpha=5^\circ$)</i>			
Fe ₂ N	83,7	-	-
Mo ₂ N	5,5	-	-
Fe ₃ (W,Mo) ₃ (CN)	6,8	-	-
Fe _α (C,N)	4,0	-	-
<i>Съемка с СиКа-излучением</i>			
Fe ₂ N	-	-	-
Mo ₂ N	-	1,4	1,0
Fe ₃ (W,Mo) ₃ (CN)	-	5,6	4,1
Fe _α (C,N)	-	93,0	94,9
<i>Съемка с СоКа-излучением</i>			
Fe ₂ N	22,7	-	-
Mo ₂ N	3,4	1,0	1,0
Fe ₃ (W,Mo) ₃ (CN)	4,2	4,6	3,2
Fe _α (C,N)	69,8	94,4	95,8

Видно, что в поверхностном слое образцов, азотированных в 100% N₂ присутствует ε-фаза типа (Fe,Me)₂N, специальные нитриды легирующих элементов Mo₂N (возможно и W₂N) карбиды (карбонитриды) типа Fe₃(W, Mo)₃(C,N), присутствующие в стали P18 как избыточные, и α-фаза, являющаяся твердым раствором углерода и азота в Fe_α. При чем съемка методом скользящего пучка показывает, что на глубине до ~ 1 мкм образуется практически сплошной нитридный слой из ε-фазы. На рис. 3 представлена рентгенограмма, снятая с поверхности образца из быстрорежущей, стали, азотированной в среде чистого азота.

Процесс азотирования

Процесс азотирования проводился в вакуумно-дуговом разряде при различных температурах (в пределах 420-510°C) и продолжительности (от 50 до 70 минут). Эти параметры были оптимизированы для получения максимальной толщины азотированного слоя и его требуемых характеристик.

Методы анализа формирующегося слоя

Рентгеноструктурный анализ

Один из важнейших методов, использованных для анализа фазового состава и структуры азотированного слоя, — это рентгеноструктурный анализ. С его помощью исследовали распределение фаз на различных глубинах, а также изменения в фазовом составе при варьировании состава газовой смеси.

Использование рентгеновских трубок с медным (Cu) и кобальтовым (Co) излучением позволило получить данные о фазах в разных диапазонах глубин (до 7 мкм). Это дало возможность оценить фазовый состав как на поверхности, так и в глубже лежащих слоях [5].

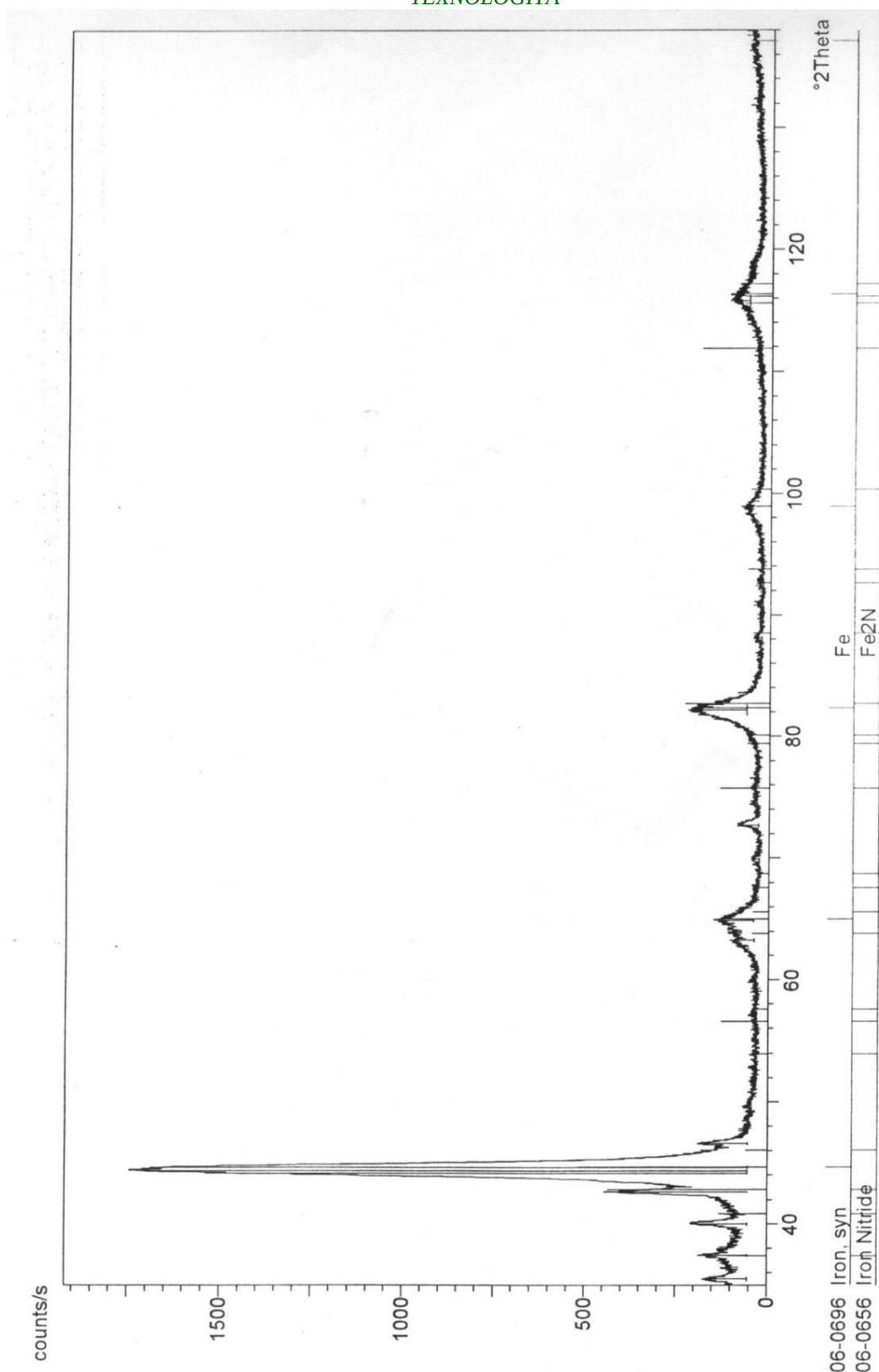


Рис. 3. Рентгенограмма, снятая с поверхности образца из стали P18 после азотирования. Азотирование в течение 40 минут в атмосфере чистого азота при температуре процесса 480 °С и давлении азота $9,75 \times 10^{-1}$ Па (Co K α).

Металлографический анализ

Металлографический анализ использовался для исследования микроструктуры образцов. При этом выявлялись такие слои, как нитридные зоны (включая ϵ -фазу и γ' -фазу) и диффузионные зоны, состоящие из твердых растворов углерода и азота в Fe. Микроструктурные исследования также позволили подтвердить результаты рентгеноструктурного анализа, поскольку ионное азотирование в некоторых случаях приводило к образованию чётко выраженных нитридных слоёв [8].

Измерение микротвердости

Измерение микротвердости было основным способом оценки механических свойств азотированного слоя. Это позволило проанализировать изменения твердости в зависимости от глубины слоя и состава газовой смеси. Микротвердость слоя измерялась с помощью стандартных методов, таких как индентирование.

Результаты эксперимента и обсуждение

Формирование нитридных слоёв

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что в микроструктуре поверхностного слоя образцов, азотированных в атмосфере 100% N_2 , а также с высоким содержанием азота в смеси с аргоном (до 80% N_2) хорошо выявляется сплошной нитридный слой толщиной от 0,5 до 1,5 мкм (рис. 4). В случае азотирования в газовой смеси с содержанием азота менее 60-80% поверхностный нитридный слой отсутствует (рис. 5, 6). Темный травящийся слой имеет повышенную твердость (более 9,8 кН/мм²) и приблизительно соответствует эффективной толщине азотированного слоя стали P18.



Рис. 4 Микроструктура образца из стали P18 после азотирования в газовой плазме вакуумно-дугового разряда в атмосфере чистого азота ($\times 800$).

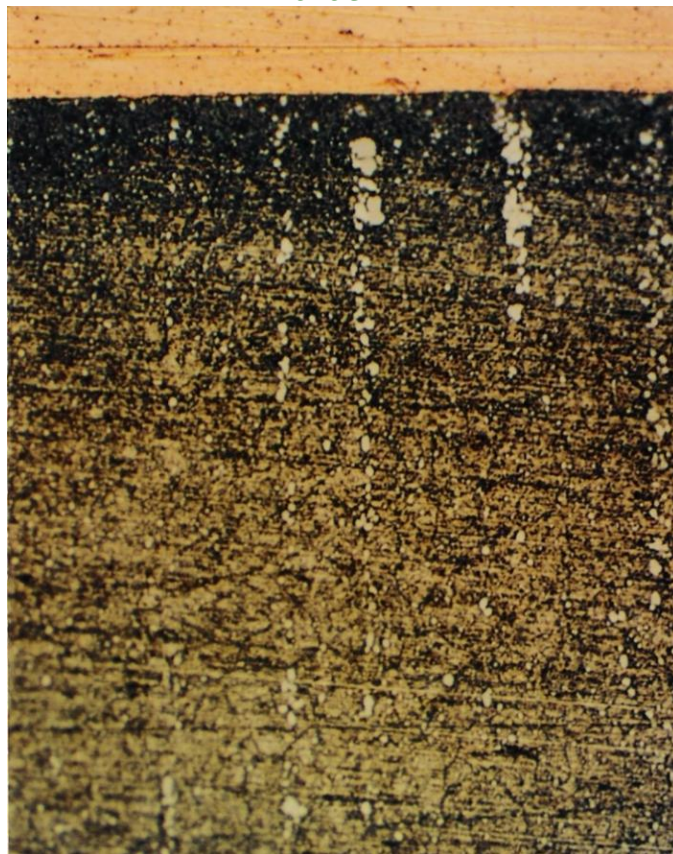
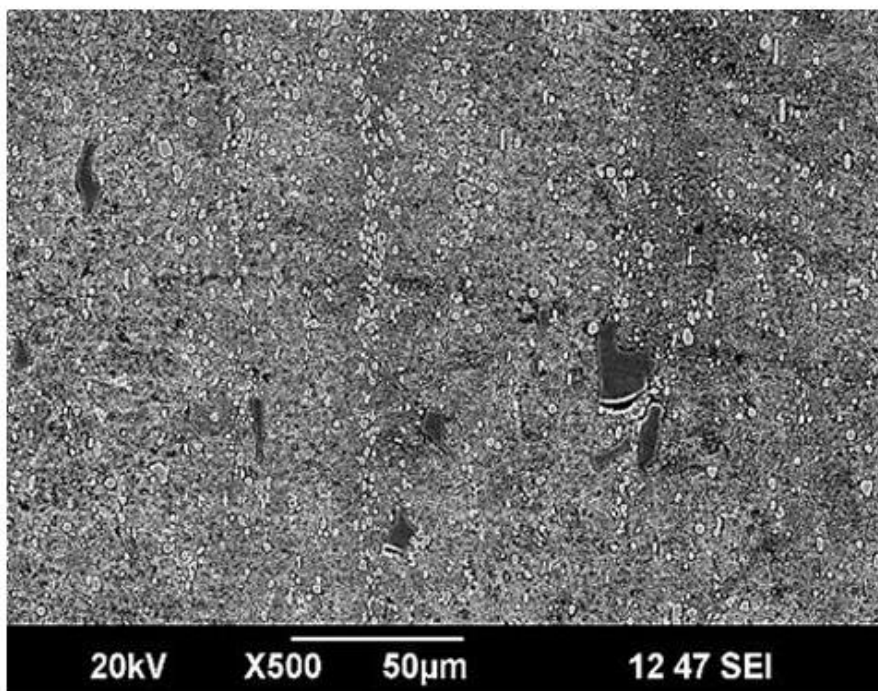


Рис. 5 Микроструктура образца из стали P18 после азотирования в газовой плазме вакуумно-дугового разряда в среде 40% N₂+60% Ar ($\times 800$).



a

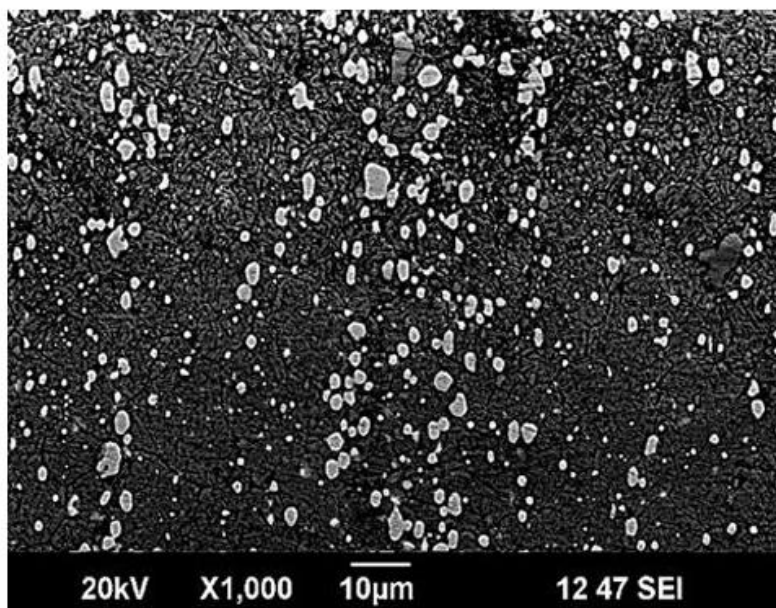


Рис. 6 Микроструктура образца из стали P18 после азотирования в газовой плазме вакуумно-дугового разряда в среде 10% N₂+90% Ar (× 800).

Влияние состава газовой смеси

Как показал рентгеновский анализ, уменьшение содержания азота в газовой смеси приводило к снижению количества нитридов и их разделению по глубине азотированного слоя. В смеси с 100% азотом образуется толстый нитридный слой (до 1,5 мкм), в то время как при более низких концентрациях азота формируется тонкий или даже отсутствующий нитридный слой.

Влияние температуры и времени

В табл. 2 представлены результаты исследования влияния температуры и состава газовой смеси на толщину азотированного слоя, формируемого в условиях вакуумно-дугового разряда.

Таблица 2

Влияние температуры и состава газовой смеси на толщину и микротвердость азотированного слоя (время азотирования – 50 мин).

Температура азотирования, °С	Концентрация N ₂ в газовой смеси с Ar	Микротвердость, кН/мм ²	Эффективная толщина, мкм	Общая толщина, мкм
420	10	10,0	70	450-500
	20	10,0	30-40	200-250
	40	10,3	25-30	180-210
	80	10,6	10-15	150-200
	100	11,2	8	80-90
510	10	10,8	175	450
	20	11,2	90-100	400-450
	40	11,1	85	400-450

Увеличение температуры азотирования в условиях вакуумно-дугового разряда (выше 500°С) значительно увеличивало толщину азотированного слоя, что также свидетельствует о повышенной диффузионной активности в таких условиях (рис. 7).

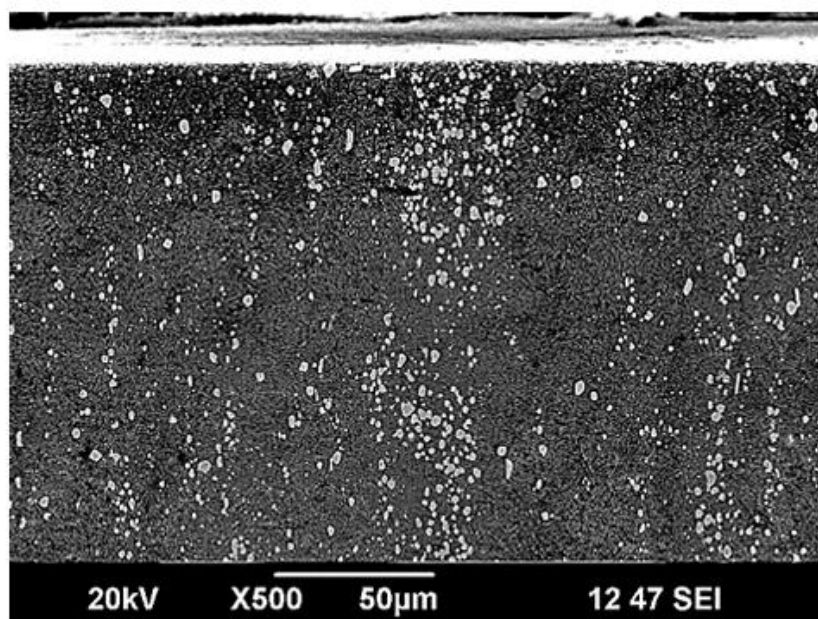
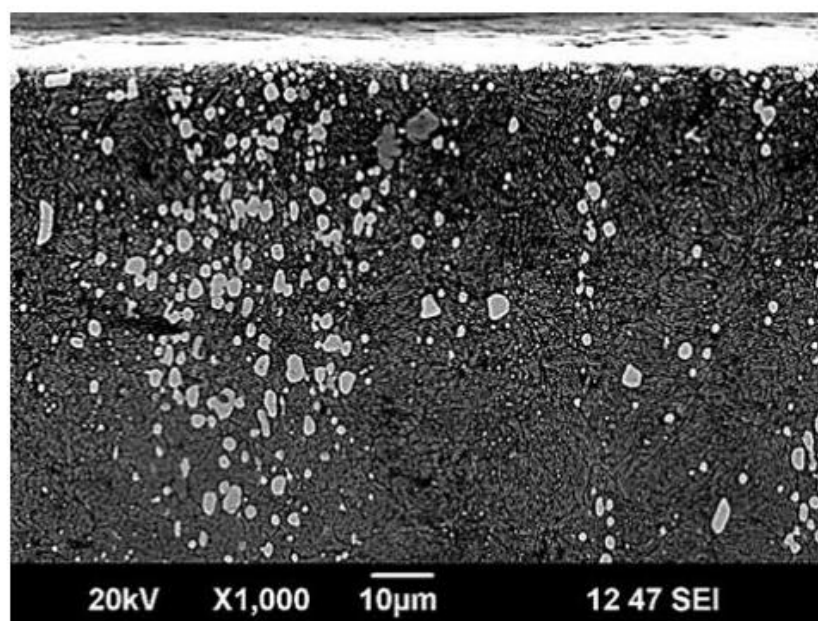
*a*

Рис. 7 Структура азотированного слоя стали P18 после ионного азотирования в тлеющем разряде ($T=550^{\circ}\text{C}$, $P=150$ Па, $t=6$ ч, $U=500$ В): а – $\times 500$; б – $\times 1000$

Кроме того, продолжительность азотирования также играла роль в достижении нужной толщины, при этом эффекты насыщения диффузией проявлялись в течение первых 50-70 минут.

Металлографические результаты

Металлографические исследования подтвердили, что при азотировании в смеси с 100% азотом наблюдается формирование сплошного нитридного слоя, состоящего преимущественно из ϵ -фазы. В смесевых азотно-аргоновых средах с меньшим

содержанием азота, как правило, наблюдается развитие диффузионных зон, где азот растворяется в железе, образуя твердые растворы и карбонитриды

Влияние технологических режимов на свойства азотированного слоя
Увеличение температуры азотирования привело к более глубокому проникновению азота в сталь, что увеличивало общую и эффективную толщину азотированного слоя. Оптимальные условия для получения слоев с максимальной твердостью были получены при температуре 500°C и использовании смеси с 80% N₂. Однако увеличение температуры выше 500°C приводило к уменьшению микротвердости из-за термической диссоциации нитридов железа и образованию так называемого "черного слоя" — мягкого слоя, который образуется под покрытием и снижает эффективность обработки.

Зависимость толщины азотированного слоя от продолжительности процесса подчиняются параболическому закону, что характерно для диффузионных процессов насыщения (табл. 3). При этом необходимо отметить, что за сравнительно короткое время 50-70 мин в исследованном интервале температур 420-510°C формируется азотированный слой очень большой толщины (общая толщина до 400-500 мкм и эффективная – до 90-175 мкм).

Таблица 3.

Влияние продолжительности азотирования при температуре 450 °C на толщину слоя и максимальную микротвердость (40% ат. N₂+60% ат. Ar).

Продолжи-тельность процесса, мин	Микротвердость, кН/мм ²	Эффективная толщина, мкм	Общая толщина, мкм
10	9,8	-	120
30	10,7	32	250
50	11,2	40	280-300
70	11,4	42-45	320

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

1. Эффективность азотирования в вакуумно-дуговом разряде: Процесс азотирования быстрорежущих сталей в плазме вакуумно-дугового разряда продемонстрировал значительные преимущества, такие как возможность формирования более толстых и твердых азотированных слоев. Управление параметрами разряда, такими как температура, время и состав газовой смеси, позволяет точно регулировать фазовый состав и микроструктуру слоя, что повышает эксплуатационные характеристики инструментов.

2. Влияние состава газовой смеси: Результаты экспериментов показали, что увеличение содержания азота в газовой смеси ведет к образованию более толстых и твердых нитридных слоев. Наиболее эффективные результаты получены при использовании 100% азота, что способствует формированию сплошного нитридного слоя толщиной до 1,5 мкм. При снижении содержания азота в смеси с аргоном азотированный слой становился менее выраженным.

3. Зависимость свойств от температуры и времени азотирования: Увеличение температуры и времени азотирования в условиях вакуумно-дугового разряда значительно повышает толщину и микротвердость азотированного слоя. Наибольшая толщина и твердость наблюдаются при температурах выше 500°C, что указывает на усиление диффузионных процессов в таких условиях.

4. Практическое значение для улучшения характеристик инструментов: Применение азотирования в газовой плазме вакуумно-дугового разряда и дальнейшее нанесение износостойких покрытий способствует улучшению эксплуатационных

характеристик быстрорежущих инструментов, что может значительно повысить их износостойкость и долговечность при обработке жаропрочных и труднообрабатываемых материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Арзамасов Б.Н., Братухин А.Г., Елисеев Ю.С., Панайоти Г.А. Ионная химико-термическая обработка сплавов. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э.Баумана, 1999, 400 с.
2. Sun Y, Bell T Trans. Inst. Metal Finish. 70 38 (1992) J. Gunnars, U. Wiklund. Determination of growth-induced strain and thermo-elastic properties of coatings by curvature measurements // Materials Science and Engineering. 2002, v. A336, p. 7 – 21.
3. Григорьев С.Н., Л.П. Саблев, А.П. Горовой, С.В. Федоров и др. Разработка технологии и устройства для комплексной обработки изделий. Совместная сессия и выставка-ярмарка перспективных технологий/Сб. тезисов докладов. -Тула, 1997- С 162.
4. Григорьев С.Н., А.С. Метель, Е.Р. Цыновников, Ю.А. Мельник, С.В. Федоров. Плазменный эмиттер ионов. Патент России № 2110867, Н 0127/04.
5. B.F. Coll, P. Sathrum, , R. Fontana, J.P. Peyre, D. Duchateau, M. Benmalek. Optimisation of arc evaporated (TiAl)N film composition for cutting tool applications // Surface and Coatings Technology. 1992, v. 52, p. 57 – 64.
6. Равшанов Ж. Р. и Исаев Д.Т. Повышения износостойкости твёрдых сплавов методом нанесения износостойких покрытий //Инновационные научные исследования: теория, методология, практика. – 2018. – С. 50-52.
7. Исаев Д. Т. Методы воздействия электронных пучков на твердый сплав H13A //ФУНДАМЕНТАЛЬНАЯ И ПРИКЛАДНАЯ НАУКА: СОСТОЯНИЕ И ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ. – 2022. – С. 53-56.
8. Isaev D. T. et al. Integrated surface vacuum-plasma hardening of tools from high-alloyed quick-steel steel //International Journal of Engineering and Information Systems (IEAIS). – 2020. – Т. 4. – №. 7. – С. 98.