

На правах рукописи



Хусаинов Юлдаш Гамирович

**РАЗРАБОТКА И НАУЧНОЕ ОБОСНОВАНИЕ
НОВЫХ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ
ФОРМИРОВАНИЯ УПРОЧНЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ
ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ СТАЛЕЙ**

Специальность 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Уфа – 2023

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Уфимский университет науки и технологий».

Научный консультант: доктор технических наук, доцент
Рамазанов Камиль Нуруллаевич

Официальные оппоненты: **Астафурова Елена Геннадьевна**,
доктор физико-математических наук, доцент,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт физики прочности и
материаловедения Сибирского отделения Российской
академии наук (ИФПМ СО РАН), заведующий
лабораторией, ведущий научный сотрудник

Белашова Ирина Станиславовна,
доктор технических наук, доцент, Федеральное
государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Московский
автомобильно-дорожный государственный
технический университет» (МАДИ), кафедра
металловедения и термообработки, профессор

Коновалов Сергей Валерьевич,
доктор технических наук, профессор, Федеральное
государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Сибирский
государственный индустриальный университет»,
проректор по научной и инновационной деятельности

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский
государственный морской технический
университет», г. Санкт-Петербург

Защита диссертации состоится 22 июня 2023 г. в 14:00 ч. на заседании диссертационного совета 24.2.324.03 на базе ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» по адресу: 455000, г. Магнитогорск, пр. Ленина, 38, малый актовЫй зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» и на сайте: <http://www.magtu.ru/>.

Автореферат разослан « _____ » _____ 2023 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Полякова Марина Андреевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Известно, что машиностроение является ключевой отраслью страны, определяющей прогресс и эффективность развития ее экономики. Для современного этапа научно-технического развития машиностроения характерно стремление к экономичности, экологичности, качеству, надежности и долговечности изделий. Все перечисленные аспекты возможно обеспечить за счет совершенствования конструкций изделий, внедрения новых материалов и технологий их упрочнения, а также снижения металлоемкости.

Анализ литературных источников показал, что современные возросшие требования к условиям эксплуатации, а также сложность конструкции проектируемых деталей машин и механизмов создают необходимость внесения изменений в традиционные методы упрочнения поверхности изделий машиностроения. Одним из самых распространенных методов упрочнения конструкционных материалов является термическая обработка, однако не всегда данный метод может обеспечить требуемые повышенные физико-механические и эксплуатационные свойства поверхности деталей.

В связи с этим наиболее эффективным методом получения поверхностных упрочненных структур является химико-термическая обработка, позволяющая повысить надежность и долговечность промышленных изделий. Следует отметить, что в легковом автомобилестроении методам химико-термической обработки подвергаются до 80% всех термически упрочняемых деталей узлов и механизмов. Существенными преимуществами химико-термической обработки перед другими методами поверхностного упрочнения являются высокая прочность адгезионных связей диффундирующего элемента с подложкой и градиентное изменение свойств от упрочненной поверхности к сердцевине материала.

Среди всех методов химико-термической обработки выгодно отличается ионное азотирование (ИА), поскольку данный процесс является экологически безопасным, легкоуправляемым и в большинстве случаев не требует после азотирования финишной шлифовальной операции. А в условиях снижения металлоемкости у данного метода имеется потенциал снижения температуры процесса при обработке сложнопрофильных деталей склонных к короблению.

Также необходимо отметить, что при эксплуатации изделий машиностроения интенсивному износу, большим контактными и циклическими нагрузками подвергаются только отдельные функциональные поверхности деталей, такие как шейки валов, поверхности шкивов, профили зубчатых колес и др. Это приводит к образованию питтингов и микроскопических трещин на поверхности деталей, ведущих к преждевременному выходу из строя всего изделия в целом. В этих случаях более целесообразно применять локальную упрочняющую обработку с возможностью формирования на поверхности градиентной структуры с гибким изменением физико-механических свойств материала на различных участках детали с учетом их функциональных назначений.

Для реализации технологии локального ионного азотирования (ЛИА) в рамках диссертационной работы предложено два подхода, основанных на интенсификации процесса диффузионного насыщения. Первый подход основан на создании области плазмы тлеющего разряда (ТР) с высокой плотностью с применением полого катода (ПК) или магнитного поля (МП) на участках деталей, подверженных износу. Второй подход основан на деформационном измельчении структуры материала на локальных участках деталей с последующим упрочнением в плазме ТР. Предложенные подходы позволят ускорить процесс ИА в 2-3 раза; обрабатывать прецизионные, сложнопрофильные и длинномерные детали без коробления; формировать на по-

верхности детали диффузионные слои с различными свойствами и характеристиками в зависимости от условий работы и функциональных назначений поверхностей деталей.

Степень разработанности темы

Несмотря на широкое применение и большие преимущества азотирования, данный процесс не позволяет формировать на поверхности материала градиентную структуру с гибким изменением физико-механических свойств материала на отдельных участках детали и по-прежнему является длительным и низкоэффективным.

В исследованиях Переваловой О.Б., Панина А.В., Синяковой Е.А., Приходько В.М. и др. интенсификация диффузионных процессов при азотировании достигается за счет предварительной ультразвуковой обработки вследствие измельчения структуры материала, увеличения плотности дефектов и ускорения адсорбционных процессов.

В работах Петровой Л.Г., Шестопалова Л.П., Александрова В.А., Бойназарова У.Р., Александрова А.С. и др. проводились исследования процесса оксиазотирования в среде аммиака и кислорода конструкционных и инструментальных сталей, позволяющего увеличить скорость насыщения до двух раз.

Учеными Белашовой И.С., Бибиковым П.С., Прокофьевым М.В., Петровой Л.Г. и др. было установлено, что при трехстадийном газо-термоциклическом азотировании интенсификация процесса азотирования происходит за счет увеличения содержания атомарного азота в атмосфере и повышения его термодинамической активности в материале.

Исследователи Куксенова Л.И., Герасимов С.А., Щербаков С.П., Алексеева М.С., Гресс М.А. и др. для интенсификации процесса азотирования применяли метод газобарического азотирования при высоких давлениях азотной атмосферы, позволяющий значительно повысить эффективность процесса.

Несмотря на высокие результаты в вопросе повышения эффективности процесса азотирования вышеизложенных авторов, перечисленные методы не позволяют проводить локальную обработку с формированием на поверхности детали диффузионных слоев с различными свойствами и характеристиками за одну технологическую садку.

В настоящее время ведущей российской научной школой в области ионно-плазменных технологий ИСЭ СО РАН под руководством Коваля Н.Н. ведутся исследования по разработке способов создания плазмы ТР высокой плотности с применением различных источников генерации ионов. Однако направленность потока ионов и возможное затенение обрабатываемых сложнопрофильных поверхностей деталей являются основными недостатками таких систем, что требует проектирования дополнительных планетарных механизмов со сложной кинематикой.

В работах томских и уфимских исследователей Крейнделя Ю.Е., Лемешева Н.М., Слосмана А.И., Ахмадеева Ю.Х., Будилова В.В., Рамазанова К.Н., Агзамова Р.Д. и др. проблема повышения эффективности ИА сталей и титановых сплавов в плазме ТР низкого давления решалась путем применения ПК. В исследованиях Вафина Р.К. и др. обоснована эффективность применения МП при ИА инструментальных сталей, позволяющая сократить длительность обработки до 2-3 раз. Эффективность процесса в приведенных исследованиях достигается за счет образования сильно ионизированной области плазмы и высокого содержания азота на поверхности материала.

Работы вышеизложенных авторов способствовали формированию фундаментальных основ ИА в плазме ТР повышенной плотности. Однако в работах не рассматривалась возможность локальной обработки деталей, несмотря на высокий потенциал и перспективы представленных методов и способов, что требует дополнительных исследований. Поэтому данная диссертационная работа посвящена исследованию фундаментальных и прикладных аспектов технологии ЛИА,

а именно решению актуальной проблемы локальной обработки поверхности конструкционных и инструментальных сталей путем создания плазмы ТР повышенной плотности или деформационного измельчения структуры на отдельных участках материала, подверженных интенсивному износу.

Целью работы является разработка и научное обоснование новых технических решений локального ионного азотирования, позволяющих в зависимости от условий эксплуатации и функциональных назначений отдельных поверхностей деталей машин и механизмов формировать за одну технологическую садку диффузионные упрочненные слои с различными свойствами.

Основные задачи диссертационного исследования:

1. Провести анализ существующих и разработать новые технические решения формирования упрочненных поверхностных слоев на локальных участках стальных деталей при ионном азотировании.

2. Разработать численную и аналитическую модели, учитывающие тепловые и диффузионные процессы, а также процессы, проходящие на границе газ-металл при локальном ионном азотировании сталей.

3. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали мартенситного и аустенитного классов на примере марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T с предварительным деформационным измельчением структуры при локальном ионном азотировании.

4. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали мартенситного и перлитного классов на примере марок 16X3HВФМБ-Ш и 38ХМЮА при локальном ионном азотировании с полым катодом.

5. Исследовать особенности структурно-фазовых превращений, изменения механических и эксплуатационных свойств поверхностного слоя стали ледебуритного класса марки Р6М5 при локальном ионном азотировании в магнитном поле.

6. Разработать новую технологию локального ионного азотирования деталей машиностроения из стали мартенситного, перлитного, аустенитного и ледебуритного классов, работающих в условиях интенсивного местного изнашивания, провести практическое апробирование и внедрить результаты диссертационного исследования в практику производства.

Научная новизна.

1. Разработаны и теоретически обоснованы новые технические решения локального ионного азотирования с полым катодом, в магнитном поле, а также с предварительным деформационным измельчением структуры на отдельных участках материала, подверженных износу. Предложенные решения позволяют получить на поверхности материала участки с диффузионными слоями, отличающимися как по толщине, так и по структурно-фазовому составу, механическим свойствам и эксплуатационным характеристикам.

2. Впервые предложена аналитическая модель, позволяющая определить приемлемый состав рабочего газа при локальном ионном азотировании исходя из требуемой температуры поверхности подложки. Установлено, что температура нагрева обрабатываемой детали помимо регулируемых технологических параметров процесса также зависит от состава многокомпонентной газовой среды N_2 -Ar- H_2 . Выявлены зависимости скорости диффузионного насыщения и дефектности упрочненного слоя в обрабатываемой детали от содержания водорода в составе рабочего газа при ионном азотировании в диапазоне 10-30%. Многокомпонентная газовая среда с содержанием водорода более 15% способствует образованию в диффузионной зоне микротрещин по границам зерен.

3. Установлено, что предварительное деформационное измельчение структуры сталей мартенситного и аустенитного классов марок 13X11H2B2MФ-Ш и 12X18H10T на отдельных участках поверхности позволяет получить после локального ионного азотирования в температурном диапазоне 450-550 °С диффузионные слои с различными толщинами и свойствами вследствие различия скоростей диффузионного насыщения. На модельных образцах, прошедших предварительную интенсивную пластическую деформацию кручением, установлено, что для стали марки 12X18H10T максимальный прирост поверхностной микротвердости, а также сохранение твердости основы материала достигается при ионном азотировании при 450 °С, а для стали марки 13X11H2B2MФ-Ш – при 500 °С, что объясняется выделением дисперсных частиц карбидов при нагреве.

4. Установлено, что при локальном ионном азотировании с полым катодом в полости технологического экрана концентрация ионов рабочего газа увеличивается с $2 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ до $3,5 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ в результате колебаний электронов, приводящих к увеличению актов ионизации и к увеличению скорости диффузионного насыщения на отдельных участках деталей из конструкционных сталей мартенситного и перлитного классов марок 16X3HВФМБ-Ш и 38ХМЮА. При этом на локальных участках материала толщина диффузионного слоя в 2-2,5 раза больше по сравнению с участками азотированными без полого катода, а износостойкость – в $\sim 1,6$ и $\sim 1,7$ раза для стали марок 38ХМЮА и 16X3HВФМБ-Ш, соответственно, в результате формирования на поверхности многофазной структуры, состоящей из ϵ -фазы $\text{Fe}_{2-3}(\text{N})$, $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$, γ' -фазы Fe_4N , $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$, а также фаз $(\text{CrN}, \text{Cr}(\text{N}, \text{C}))$.

5. Установлено, что наложение магнитного поля при локальном ионном азотировании позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения вследствие дополнительной ионизации рабочей газовой среды и создания повышенного градиента концентрации диффундирующего элемента на отдельных участках деталей из стали ледебуритного класса марки Р6М5, прошедшей комплексную обработку, включающую интенсивную пластическую деформацию кручением с последующей закалкой с 1200°С и высоким отпуском при 560°С. При этом на локальных участках формируется упрочненный слой толщиной в 2-2,5 раза больше по сравнению с участками, находящимися вне зоны влияния магнитного поля, что обеспечивает достижение поверхностной твердости $\sim 1210 \text{ НV}_{0,1}$, вследствие наличия высокоазотистых нитридов Fe и нитридов легирующего элемента Cr , повышающих сопротивление абразивному износу материала.

Теоретическая значимость работы. Результаты моделирования, а также совокупность экспериментальных данных о влиянии ионного азотирования в плазме тлеющего разряда повышенной плотности на структуру и фазовый состав диффузионного слоя, зависимости температуры азотируемой поверхности от длительности обработки, изменения микротвердости от технологических режимов, области возникновения эффекта полого катода, кривые нагрева и охлаждения поверхности материала, а также кинетика роста азотируемого слоя для исследуемых сталей вносят существенный вклад в понимание физических процессов ионного азотирования, создают основу для разработки новых способов локального ионного азотирования, а также позволяют создать теоретическую базу для назначения приемлемых режимов обработки без дополнительных натуральных экспериментов.

Практическая ценность работы. Разработанная аналитическая модель процесса ИА с применением методики полнофакторного эксперимента позволила получить функцию изменения температуры нагрева обрабатываемой детали от регулируемых технологических параметров процесса ионного азотирования и состава газовой среды $\text{N}_2\text{-Ar-H}_2$. Разработанная численная модель процесса ЛИА позволяет учитывать и регулировать тепловую энергию и концентрацию насыщающего элемента на от-

дельных поверхностях обрабатываемой детали и прогнозировать формирование градиентной структуры азотированного слоя с различными толщинами и свойствами за одну технологическую садку. Применение разработанных моделей позволит сократить время на технологическую подготовку производства вследствие возможности назначения новых технологических режимов без дополнительных экспериментов.

Впервые разработанные способы локального ионного азотирования с полым катодом (патенты РФ №2534906, №2534907), в магнитном поле (патенты РФ №2640703, №2654161), создания макронеоднородной структуры при ионном азотировании (патенты РФ №2534907, №2664106, №2662518), а также способы, позволяющие повысить эффективность ионного азотирования конструкционных материалов (патенты РФ №2558320, №2562187, №2562185, №2687616) составили основу разработанных в рамках диссертационного исследования технологических процессов (ТП) локального ионного азотирования, позволяющих обрабатывать участки деталей машин и механизмов, подверженных интенсивному износу, упрочнять детали, подверженные короблению, за счет снижения тепловой нагрузки в ходе ЛИА.

В рамках диссертационной работы для апробации разработанных новых технологий локального ионного азотирования с полым катодом и в магнитном поле была модернизирована установка ЭЛУ-5.

Разработан и рекомендован к внедрению технологический процесс локального ионного азотирования с полым катодом детали «шестерня» центрального конического привода двигателя летательного аппарата на ПАО «ОДК-УМПО». Разработанная технология позволила сократить длительность обработки в 2 раза, получить равномерный по длине профиля зуба диффузионный слой толщиной ~200 мкм вследствие упрочнения зубчатого венца в плазме повышенной полости, образованной полым катодом, а также обеспечить требования чертежа за одну технологическую садку.

Разработан и внедрен в производство технологический процесс низкотемпературного (до ~450°C) локального ионного азотирования (патент РФ №2664106) детали «шток» пакерно-якорного оборудования, предназначенного для гидроизоляции пластов, производства НПФ «Пакер». Результаты лабораторных и производственных испытаний показали эффективность применения разработанной технологии низкотемпературного локального ионного азотирования с предварительным получением мелкозернистой структуры на рабочих участках детали. Так, толщина азотированного слоя на рабочих участках детали составила ~200 мкм, а поверхностная микротвердость увеличилась на ~70% в результате образования на поверхности материала высокоазотистых фаз железа, азотистого α -твердого раствора и нитридов легирующего элемента хрома, что обеспечило значительное повышение эксплуатационных характеристик детали «шток» с минимальным уровнем деформации.

Разработан и внедрен в АО «БелЗАН» технологический процесс комбинированного многослойного упрочнения просечных пуансонов, включающий операцию ЛИА в МП. По результатам производственных испытаний установлено, что после комбинированного многослойного упрочнения стойкость инструмента повысилась в 1,5-2 раза.

По всем внедренным на предприятиях результатам диссертационной работы имеются соответствующие акты.

Апробации результатов. Основные результаты диссертационной работы были представлены на конференциях различного уровня: научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» (Сочи, 2014 г.); Всероссийская школа-семинар с международным участием «Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений» (Томск, 2014 г.); Всероссийская конференция с международным участием «Физика низкотемпературной плазмы» (Казань, 2014, 2017 гг.); Международный конгресс «Energy Fluxes and Radiation Effects» (Томск,

2014, 2016, 2018 г.); Международная конференция «Gas Discharge Plasmas and Their Applications» (Томск, 2015, 2019 г.); Международная конференция «Material and Manufacturing Technology» (Бали, 2015 г.); Международная научно-техническая школа-семинар «Материаловедение и металлофизика легких сплавов» (Екатеринбург, 2015 г.); Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» (Москва, 2015, 2017 г.); Международная конференция «Modification of materials with particle beams and plasma flows» (Томск, 2016 г.); Международная конференция «Discharges and electrical insulation in vacuum» (Сучжоу, Китай, 2016 г.); Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии» (Санкт-Петербург, 2017 г.); Международная конференция «Diffusion in Materials» (Хайфа, Израиль, 2017 г.); Международная конференция «Vacuum technique and technology» (Санкт-Петербург, 2018 г.); XXIV Уральская школа металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металлургии сталей и сплавов» (Магнитогорск, 2018 г.); XVII Всероссийская с международным участием школа-семинар по структурной макрокинетике для молодых ученых имени академика А.Г. Мерджанова (Черноголовка, 2019 г.); XVII Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (Москва, 2020); Международная конференция «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2020 г.).

По теме диссертации опубликовано 50 научных работ, в том числе 13 научных статей в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК, 12 работ в зарубежных научных изданиях, индексируемых в Web of Science или Scopus, 2 монографии, а также получено 5 патентов РФ.

Положения, выносимые на защиту.

1. Особенности формирования упрочненных диффузионных слоев на отдельных участках деталей из сталей мартенситного, аустенитного, перлитного и ледебуритного классов от применяемых методов интенсификации процесса локального ионного азотирования.

2. Взаимосвязь технологических параметров процесса локального ионного азотирования и структурно-фазового состава, механических свойств и эксплуатационных характеристик формируемых диффузионных слоев в сталях мартенситного, аустенитного, перлитного и ледебуритного классов.

3. Аналитическая и численная модели, позволяющие прогнозировать распределение температуры обрабатываемой детали, а также распределение концентрации азота по толщине азотированного слоя в зависимости от регулируемых технологических параметров процесса ионного азотирования (давления P в рабочей камере, разности потенциалов U между электродами и соотношения компонентов рабочего газа N_2 - Ar - H_2).

4. Способы локального ионного азотирования сталей в плазме азота повышенной плотности (с применением магнитного поля или полого катода), а также с предварительным деформационным измельчением структуры материала методами интенсивной пластической деформации, позволяющие ускорить процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза на локальных участках деталей подверженных интенсивному изнашиванию.

5. Новые технологии локального ионного азотирования сталей с применением магнитного поля, полого катода, а также предварительного деформационного измельчения структуры обрабатываемого материала, позволяющие получать диффузионные слои с высокими эксплуатационными характеристиками, а также сократить длительность процесса азотирования в 2-2,5 раза и снизить себестоимость обработки до 2-х раз.

Личный вклад автора заключается в непосредственном участии при проведении аналитического обзора отечественной и зарубежной литературы, патентной информации по теме диссертационного исследования, в разработке идеи ЛИА и новых способов ее реализации, в постановке цели и задач, а также формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, в проведении теоретических и экспериментальных исследований, апробации результатов работы в производственных условиях, интерпретации результатов исследований, подготовке публикаций по теме диссертации.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, заключения и приложений, изложена на 359 страницах, содержит 202 рисунка, 17 таблиц и список литературы из 202 наименований.

Благодарности. Автор выражает огромную благодарность научному коллективу и директору НИИ ФПМ УУНиТ, д.ф.-м.н. Валиеву Р.З. за оказание помощи в подготовке модельных образцов из стали марок 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Щ, Р6М5 с деформационным измельчением структуры, полученных методом ИПДК, а также заведующему отделом материаловедения и лабораторией механических свойств ИФМУрО РАН, д.т.н. Макарову А.В. за помощь в подготовке образцов из стали марки 12Х18Н10Т методом наноструктурирующей фрикционной обработки для исследования процесса ЛИА в рамках диссертационной работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении раскрыта актуальность темы диссертационной работы и степень ее разработанности, обоснована необходимость применения технологии ИА для деталей, подверженных интенсивному локальному износу, сформулированы цель и задачи исследования, изложены научная новизна полученных результатов и положения, выносимые автором на защиту, обоснованы теоретическая и практическая значимость работы, а также приведена информация о степени достоверности, о личном вкладе автора и об апробации результатов исследований.

В первой главе проведен анализ различных методов локального структурно-фазового модифицирования поверхностного слоя деталей машин из конструкционных материалов. Обоснована необходимость применения метода ИА для локального упрочнения. С целью повышения эффективности процесса ИА проведен анализ различных методов интенсификации процесса диффузионного насыщения.

Проведен обзор научных работ, посвященных влиянию технологических параметров процесса ИА, состава многокомпонентной газовой смеси, а также структурно-фазового состава, размера структурных составляющих обрабатываемого материала на протекание диффузионных процессов, а также на механические свойства и эксплуатационные характеристики поверхностного упрочненного слоя.

С целью сокращения длительности технологической подготовки производства при освоении новых деталей, а также назначения приемлемых технологических режимов без дополнительных натурных экспериментов в работе рассмотрены особенности моделирования диффузионных процессов в конструкционных материалах.

В заключение отмечается, что применение ПК или МП положительно сказывается на длительности процесса азотирования. Также стимулирующее влияние на диффузию азота оказывает деформационное измельчение структуры материала методами интенсивной пластической деформации.

На основании вышеизложенного была выдвинута научная гипотеза, сформулированы цель и задачи диссертационного исследования.

Во второй главе на основе проведенного литературного анализа выдвинута и сформулирована научная гипотеза (рисунок 1) о возможности формирования упрочненных диффузионных слоев различной глубины за один цикл обработки при

ИА за счет комбинирования классического процесса ИА с известными методами интенсификации процесса ИА (деформационного измельчения структуры материала, обработки в плазме ТР повышенной плотности, формируемой ПК или МП).

Определен объект диссертационного исследования: диффузионные процессы при ЛИА и обоснованно подобраны исследуемые материалы (рисунок 2).

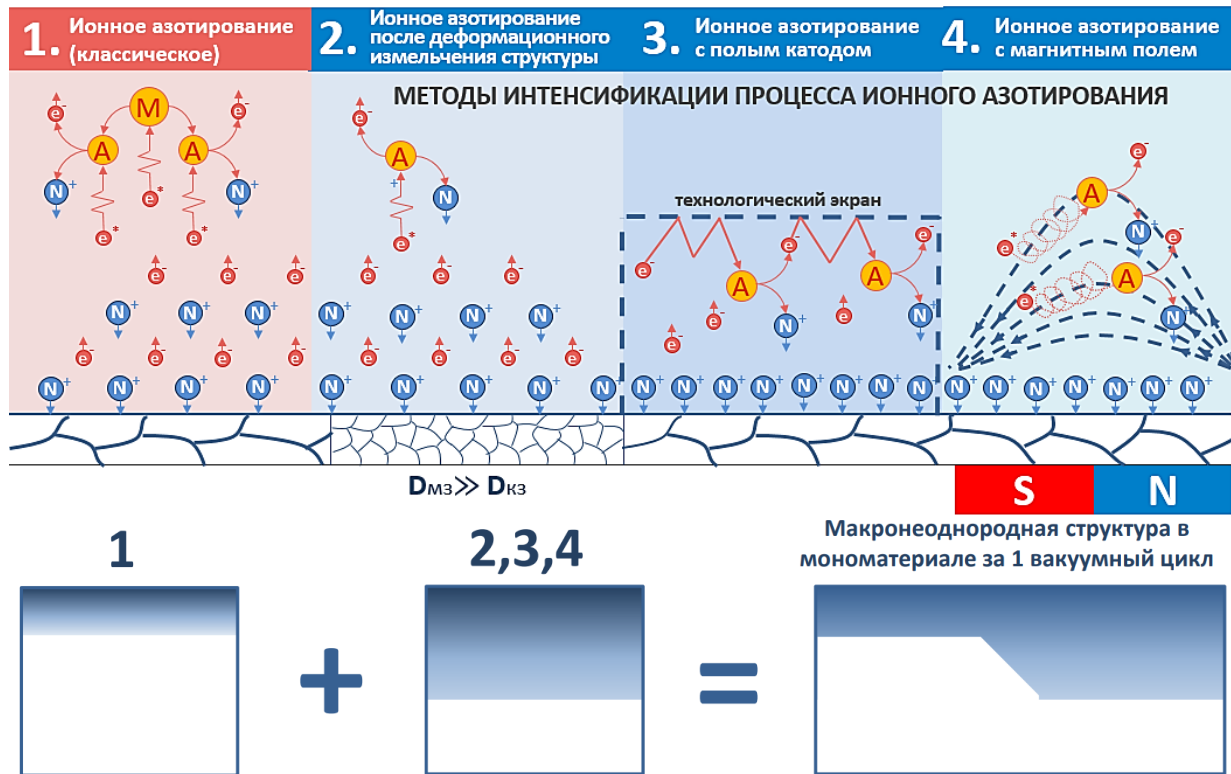


Рисунок 1 – Иллюстрация научной гипотезы

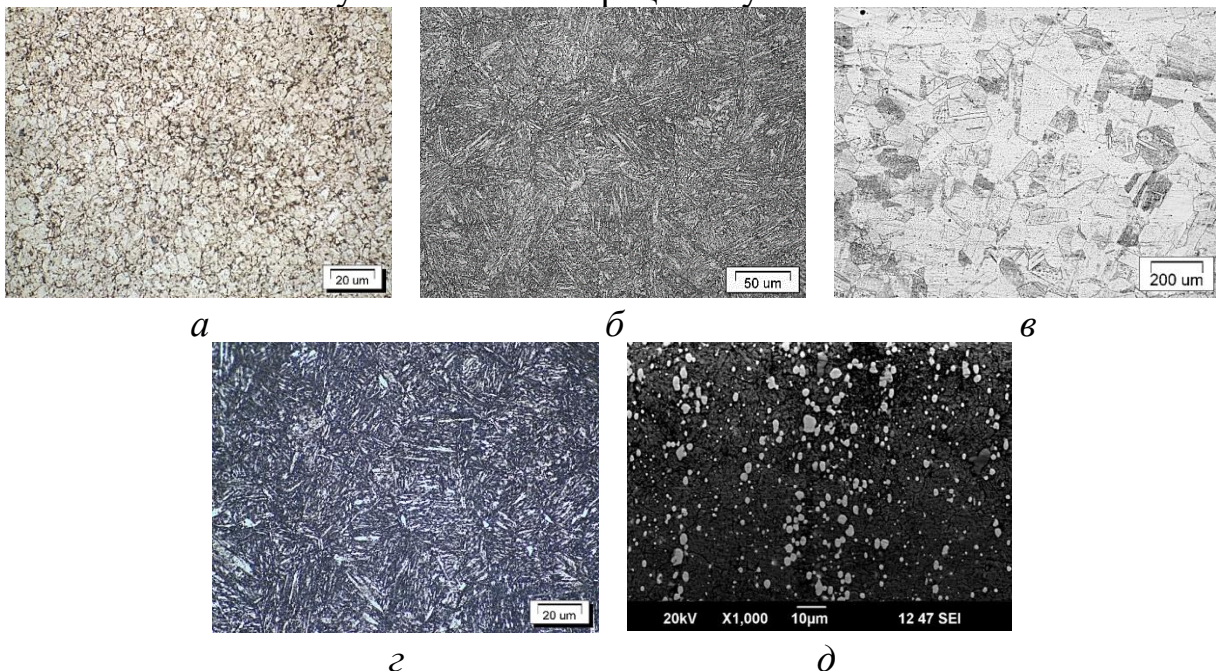


Рисунок 2 – Структуры исследуемых материалов: стали мартенситного класса 16X3NBФМБ-Ш (а) и 13X11H2B2MФ-Ш (б), аустенитного класса 12X18H10T (в), перлитного класса 38XMЮА (г), ледебуритного класса Р6М5 (д)

Все исследуемые стали для обеспечения заданного уровня комплекса физико-механических свойств основы материала перед процессом ЛИА были подвергнуты термообработке (ТО). Режимы ТО исследуемых сталей приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы термической обработки исследуемых сталей

Марка стали	Режимы ТО
16Х3НВФМБ-Ш (ТУ 14-1-3242-81)	Закалка с 930°С и высокий отпуск при 600°С
13Х11Н2В2МФ-Ш (ГОСТ 5632-2014)	Закалка с 1050 °С (выдержка 1 ч, охлаждение в масло) и высокий отпуск при 800 °С
38ХМЮА (ГОСТ 4543-2016)	Закалка с 950°С и высокий отпуск при 600°С
12Х18Н10Т (ГОСТ 5632-2014)	Закалка с 1050°С (выдержка в течение 1 ч с охлаждением в воду)
Р6М5 (ГОСТ 19265-73)	Закалка с 1220°С и трехкратный отпуск при 560°С с выдержкой в течение 10 минут

Для реализации предложенных новых технических решений ЛИА была модернизирована вакуумная установка ЭЛУ-5 для проведения ТО и ХТО с возможностью регулирования технологических параметров обработки в широком диапазоне: давление в рабочей камере $P = 10 - 200$ Па, разность потенциалов U до 1500 В и сила тока I до 20 А. Модернизация установки состояла в замене источников питания, усовершенствовании системы подготовки многокомпонентного рабочего газа и системы охлаждения, разработке новой системы управления, а также изменении конструктивных элементов установки, связанном с проектированием и установкой вакуумных вводов, электродов и диэлектрических экранов. Для реализации технологии ЛИА в МП модернизируемая установка была дооснащена охлаждаемой системой из постоянных магнитов с размерами 450 x 100 x 50 мм и индукцией магнитного поля $B = 0,03$ Тл.

В диссертационной работе приведены и обоснованы основные методы исследования структуры, фазового состава, механических свойств и эксплуатационных характеристик исследуемых материалов после ЛИА.

Исследования ЛИА с ПК проводились на образцах из стали марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА. Исследования ЛИА в МП проводились на модельных образцах $\varnothing 20$ мм из стали марки Р6М5, предварительно подвергнутых деформационному измельчению структуры методом ИПДК (осадка 43%, $n=1,5$ об., $P=4$ ГПа) и последующей ТО, заключающейся в закалке с 1200°С и высоком отпуске при 560°С.

Исследования ЛИА стали марок 12Х18Н10Т и 13Х11Н2В2МФ-Ш проводились на модельных образцах $\varnothing 20$ мм предварительно подвергнутых деформационному измельчению структуры методом ИПДК ($n=10$ об., $P=6$ ГПа, $T=300$ °С). Анализ электронограмм и светлопольных изображений, полученных просвечивающей электронной микроскопией образцов после ИПДК показал, что в исследуемых материалах формируется ультрамелкозернистая структура (УМЗ) с высокоугловыми разориентировками кристаллов со средним размером 150 нм для стали марки 12Х18Н10Т и 120-150 нм для стали марки 13Х11Н2В2МФ-Ш. Исследование термической стабильности образцов после ИПДК проводили путем отжига при температурах 400...600 °С в течение 1 часа.

Технология ЛИА была апробирована на образцах из хромоникелевой аустенитной стали марки 12Х18Н10Т размерами 98×38×8,6 мм после предварительной ТО (закалка с 1050°С в воде). Деформационное измельчение структуры на отдельных участках поверхности образцов было получено методом наноструктурирующей фрикционной обработки алмазным индентором с радиусом $R = 3$ мм в среде аргона при нагрузке на индентор $P = 392$ Н и количестве прохо-

дов $n = 11$. В результате фрикционной обработки на поверхности материала формируется нанокристаллическая (НК) структура с размерами кристаллитов не более 100 нм.

Измерения микротвердости проводились методом Виккерса на микротвердомере *Struers Duramin-1/-2*, получившим широкое распространение при исследовании тонких модифицированных поверхностных слоев, в частности азотированных. Длительность и величина приложенной на индентор нагрузки выбирались в зависимости от толщины упрочненного слоя. Для более детального исследования тонких и легко скалываемых хрупких слоев применялся метод косого среза.

Для косвенной оценки распределения концентрации азота в упрочненном слое применялся метод оценки размеров отпечатков микротвердости.

Исследование структуры образцов проводилось на оптических микроскопах *Olympus GX51* и *Zeiss Axiotech 25HD*.

Оценка хрупкости упрочненного слоя после ИА производится путем сопоставления, полученного индентором отпечатка при измерении микротвердости методом Виккерса со шкалой хрупкости, разработанной ВИАМ.

Склерометрические испытания в работе проводились на приборе «CSM Scratch Tester» при начальной 0,03 Н и конечной 10 Н нагрузках на индентор при скорости его перемещения 1 мм/сек на длине 3 мм. Данная методика исследования свойств поверхности позволяет моделировать процесс абразивного износа, который является преобладающим видом разрушения в штамповых инструментах.

С целью определения трибологических характеристик исследуемых материалов в диссертационной работе были проведены испытания на высокоскоростном трибометре Nanovea по схеме шар по диску в режиме отсутствия смазки. В качестве полусферы использовался шарик диаметром 3 мм из конструкционной подшипниковой стали ШХ15 с твердостью 60-62 HRC. Величина нормальной нагрузки, приложенной на контртело, составила 4 Н при радиусе вращения образца 2,5 мм и частотой оборотов 500 об/мин. Выбор метода и назначение режимов триботехнических испытаний проводят, исходя из условий эксплуатации пар трения, действующих нагрузок, скорости, температуры, условия смазки, наличия абразивной среды. Однако в некоторых случаях, с целью экспресс-анализа режимы испытаний допускается форсировать путем ужесточения внешнего воздействия.

Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометрах ДРОН-4-07 и Shimadzu XRD-6000 (катод Cu, $\lambda = 1,540562$ "А").

С целью определения влияния эффекта полого катода, возникающего при ИА с ПК на характеристики плазмы ТР, в работе был применен зондовый метод исследования плазмы, позволяющий оценить энергетические параметры разряда: плотность электронов плазмы, температуру заряженных частиц и потенциал плазмы. При проведении исследования одиночный зонд Ленгмюра диаметром 0,12 мм с рабочей длиной 7 мм из тугоплавкого (вольфрамового) материала вводился в исследуемую область плазмы, и измерялся ток, протекающий через него в зависимости от потенциала зонда.

В третьей главе представлена разработанная численная модель процесса ЛИА (рисунок 3), позволяющая в течение всего процесса азотирования прогнозировать распределение температуры в обрабатываемой детали, получать в любой точке исследуемой детали расчетные зависимости нагрева и охлаждения садки, а также распределение концентрации азота в диффузионном слое в зависимости от технологических режимов и состава многокомпонентной рабочей газовой среды при ИА для деталей различной сложности и конфигурации.

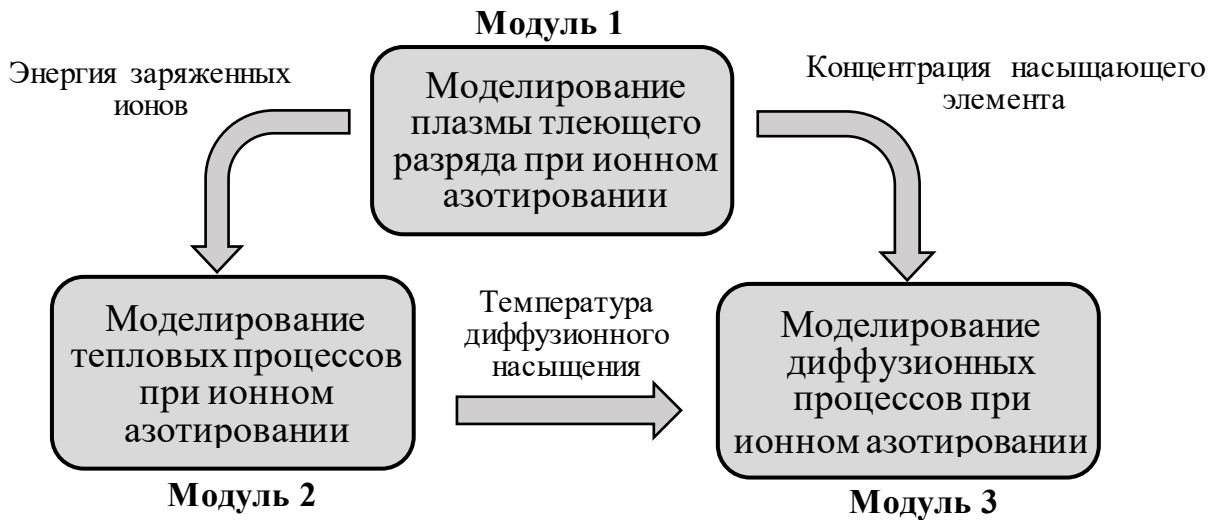


Рисунок 3 – Схема разработанной численной модели процесса ЛИА

Отличительной особенностью разработанной численной модели является возможность регулирования тепловой энергии и концентрации насыщающего элемента на отдельных поверхностях обрабатываемой детали, что позволяет формировать градиентную структуру азотированного слоя с различной толщиной и свойствами при ЛИА. Апробацию разработанной численной модели ЛИА с ПК проводили на примере типовой и распространенной в машиностроении детали «шестерня» (рисунок 4) из стали марки 38ХМЮА, зубчатый венец которой работает в условиях локального износа.

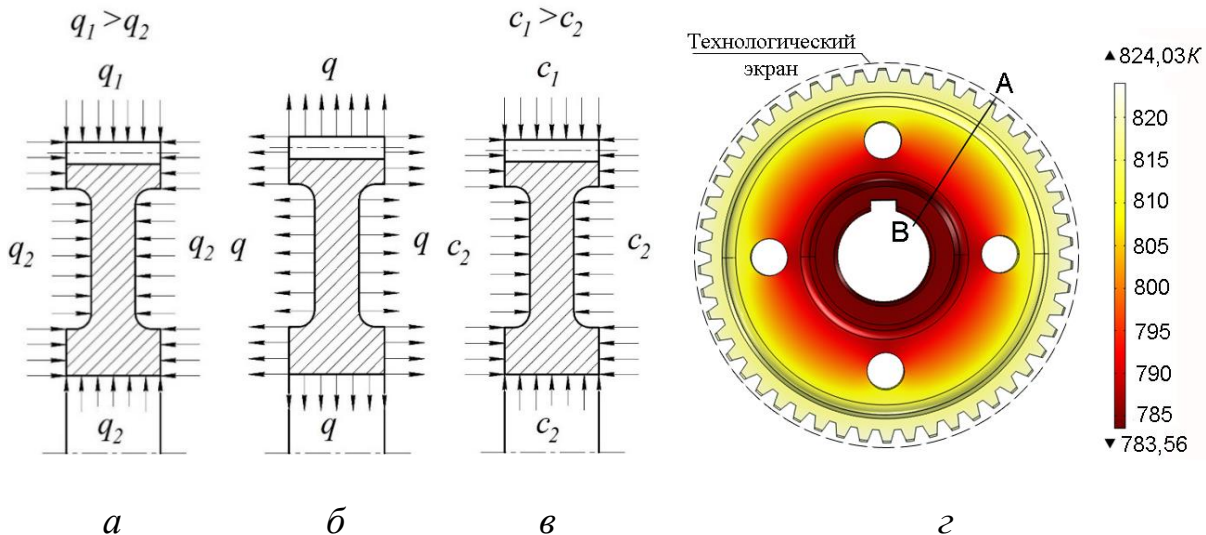


Рисунок 4 – Схема подвода (а) и отвода (б) тепловой энергии, распределение концентрации диффузанта (в) и расчетное распределение температурного поля (г) на примере детали «шестерня» при ЛИА с ПК:
 q_1 и c_1 – поток теплоты и концентрация диффузанта в зоне технологического экрана, соответственно; q_2 и c_2 – поток теплоты и концентрация диффузанта вне технологического экрана, соответственно; q – излучающий поток теплоты; А и В – крайние точки, по которым производился замер температуры

Разработанная численная модель позволила получить распределение температурного поля (рисунок 4, г) в детали $\varnothing 200$ мм при ЛИА с ПК (длительность обработки 8 ч, температура в зоне зубчатого венца составила ~ 823 К (550°C)). Также получены и построены расчетные и экспериментальные диаграммы изменения температуры детали в крайних точках А и В в течение всей операции ЛИА

с ПК (рисунок 5), поскольку температура вносит существенный вклад в скорость диффузионных процессов.

Полученные в результате расчетов диаграммы позволили определить скорость нагрева обрабатываемой поверхности и длительность выхода на режим процесса ЛИА с ПК (рисунок 5). Длительность выхода на режим составила ~ 40 мин, а скорость нагрева $\sim 0,2$ К/сек. После выхода на режим устанавливается постоянная температура обработки в течение всего процесса ЛИА с ПК с температурой $T = 823$ К (550°C). Разность температур в двух крайних точках А и В в процессе ЛИА с ПК составила ~ 35 К и зависит от линейных размеров обрабатываемой детали, ее конфигурации, а также расположения и площади поверхностей для локального упрочнения.

Также разработанная численная модель позволяет определить длительность выдержки садки после ЛИА с ПК (рисунок 6), имеющая практический интерес. Так, для детали «шестерня» длительность выдержки до температуры 523К (250°C) составила 30 мин.

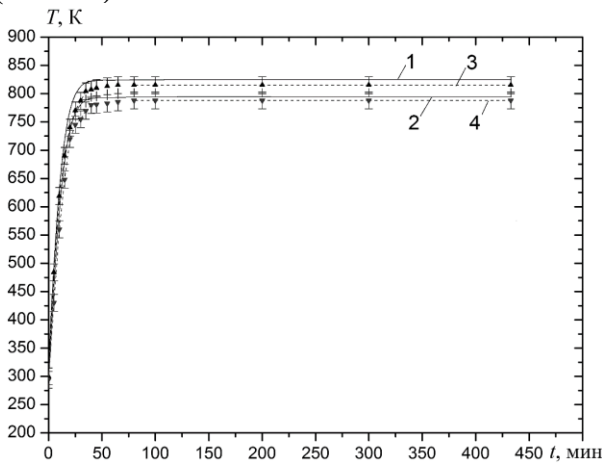


Рисунок 5 – Диаграмма изменения температуры детали в точках А и В в течение операции ЛИА с ПК:
1, 2 – теоретические кривые (точки А, В);
3, 4 – экспериментальные кривые (точки А, В); расположение точек А и В (см. рисунок 2)

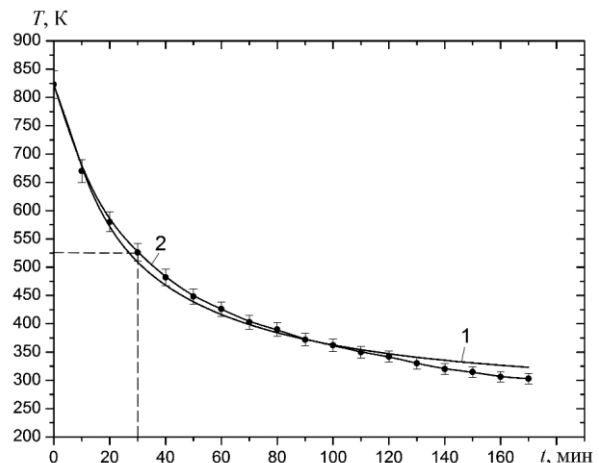


Рисунок 6 – Диаграмма охлаждения поверхности зубчатого венца:
1 – теоретическая кривая;
2 – экспериментальная кривая

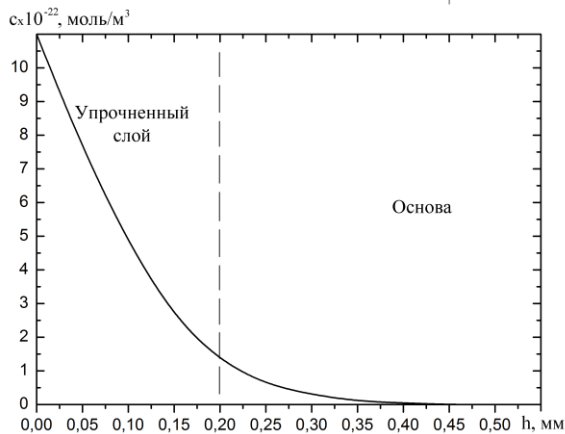


Рисунок 7 – Теоретический график изменения концентрации азота по толщине азотированного слоя для стали марки 38ХМЮА при $T = 550^\circ\text{C}$ и $t = 8$ ч

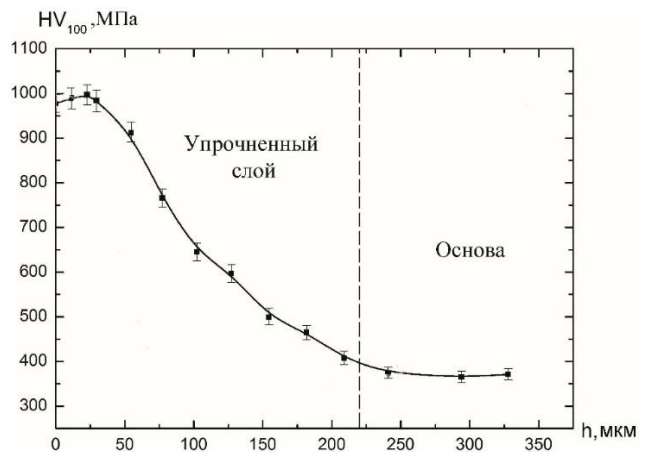


Рисунок 8 – График изменения микротвердости по толщине азотированного слоя: сталь марки 38ХМЮА, $T=550^\circ\text{C}$, $P=60$ Па, $U=500$ В, $t=8$ ч

Анализ полученной теоретической зависимости (рисунок 7) показал величину упрочненного слоя в пределах ~ 200 мкм. С целью верификации расчетов численной модели были обработаны образцы с ПК при тех же режимах. Измерение микротвердости (рисунок 8) по толщине азотированного слоя показало, что величина упрочненного слоя не превышает ~ 220 мкм. Таким образом, результаты, полученные в ходе моделирования, имеют хорошую сходимость с результатами экспериментов.

Разработанная численная модель также позволяет определить важные характеристики плазмы ТР, такие как распределение концентрации электронов n_e и ионов n_i в ТР, силовые линии и вектор напряженности \vec{E} электрического поля, скорости реакции V ионизации и возбуждения в ТР, потенциал плазмы $U_{\text{п}}$.

С целью определения влияния эффекта полого катода, возникающего при ЛИА с ПК, на характеристики плазмы ТР в работе был применен зондовый метод исследования плазмы, позволяющий получить энергетические параметры разряда, такие как плотность электронов n_e и ионов n_i (рисунок 9, а) плазмы, температуру электронов T_e , потенциал плазмы $U_{\text{п}}$ и др.

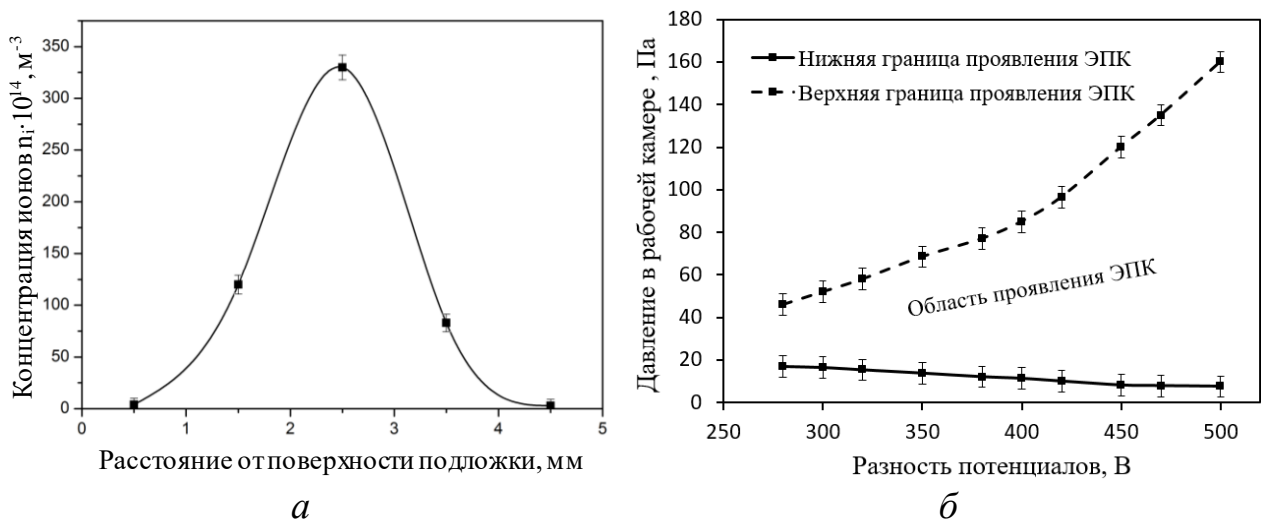


Рисунок 9 – Распределение концентрации ионов в ПК (а) и область проявления эффекта полого катода (ЭПК) (б) при ЛИА

Результаты зондовых измерений показали неравномерное распределение концентрации заряженных частиц (ионов) в полости технологического экрана с максимальным значением в месте перекрытия зон отрицательного свечения. Максимум концентрации ионов в ПК составило $n_i \approx 3,5 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$ (рисунок 9, а), тогда как при ИА без ПК концентрация составила $n_i \approx 2 \times 10^{16} \text{ м}^{-3}$. Установлено, что в полости технологического экрана в результате колебаний электронов, приводящих к увеличению актов ионизации, формируется плазма ТР с повышенной концентрацией заряженных частиц. Повышенное значение градиента концентрации насыщающего элемента в зоне проявления ПК приводит к интенсификации процесса диффузионного насыщения. Также определена область технологических параметров ИА, в которой проявляется ЭПК (рисунок 9, б). Установлено, что с увеличением разности потенциалов между электродами преимущественно расширяется верхняя граница области проявления ЭПК с расширением диапазона давления в рабочей камере.

С целью экспресс-назначения технологических режимов процесса ИА на этапе технологической подготовки производства, обеспечивающих требуемую температуру $T^\circ\text{C}$ обрабатываемой детали без дополнительных опытных испытаний, была разработана математическая модель на основе регрессионного анализа. В работе применялся экспериментально-статистический метод (метод «черного ящика»), позволяющий получить математическое описание влияния

регулируемых технологических параметров процесса ИА (межэлектродная разность потенциалов U , давление в камере P) и состава многокомпонентной газовой смеси N_2 - Ar - H_2 на температуру подложки.

Входными факторами и их граничными условиями были определены в модели:

- 1) межэлектродная разность потенциалов (U , В): 400–450 В;
- 2) давление в камере (P , Па): 250–350 Па;
- 3) концентрация аргона (μ_{Ar} , %): 30–80 %;
- 4) коэффициент k , показывающий соотношение концентрации водорода к азоту (H_2/N_2): 0–1.

Искомая функция имеет следующий вид

$$T=124,25 \cdot U+(45,5+15,875 \cdot U) \cdot P+(15,5 \cdot U+16,125 \cdot k) \cdot \mu_{Ar}. \quad (1)$$

Адекватность аналитической модели оценивалась по критерию Фишера F (при доверительной вероятности $F=19$ и соотношения дисперсии S_{ab} к величине ошибки коэффициентов b_i , равным 4,5), что позволяет утверждать об адекватности модели. По результатам верификации была оценена точность разработанной модели, которая составляет 92 %.

В четвертой главе приведены результаты исследования влияния низкотемпературного ЛИА на структурно-фазовый состав, механические и эксплуатационные свойства стали аустенитного и мартенситного классов на примере стали марок 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III после деформационного измельчения структуры.

На рисунке 10 представлены результаты измерения поверхностной микротвердости от температуры процесса ИА по радиусу образцов из исследуемых сталей после деформационного измельчения структуры методом ИПДК.

Установлено, что вследствие технологических особенностей метода ИПДК при ИА сохраняется наследственная неоднородность распределения поверхностной микротвердости по радиусу образцов. Максимальная неоднородность поверхностной микротвердости по радиусу образца из стали марки 12X18H10T достигается при температуре ИА 450 °С (рисунок 10, а). При этом максимальное соотношение микротвердости на периферии (3/4 радиуса) и в центре образца достигает ~ 1,2 раза. С увеличением температуры процесса ИА с 450 °С до 550 °С характер распределения поверхностной микротвердости по радиусу образца выравнивается, при этом падение значения микротвердости на периферии с увеличением температуры составило 26%, что связано с процессами рекристаллизации основы материала прошедшего деформационное измельчение методом ИПДК.

Для стали марки 13X11H2B2MФ-III максимальная неоднородность поверхностной микротвердости по радиусу образца достигается при температуре ИА 500 °С (рисунок 10, б), при этом максимальное соотношение микротвердости на периферии и в центре образца достигает ~ 1,3 раза. Установлено, что при нагреве образцов с 450 °С до 500 °С наблюдается прирост микротвердости, что объясняется выделением дисперсных частиц карбидов при нагреве. При дальнейшем увеличении температуры до 550 °С наблюдается снижение микротвердости вследствие укрупнения дисперсных частиц и началом роста зерен.

Установлено, что прирост поверхностной микротвердости после ИА складывается из двух составляющих: прироста микротвердости материала в результате деформационного измельчения методом ИПДК, а также прироста микротвердости в результате ИА за счет образования высокоазотистых фаз железа и легирующих элементов.

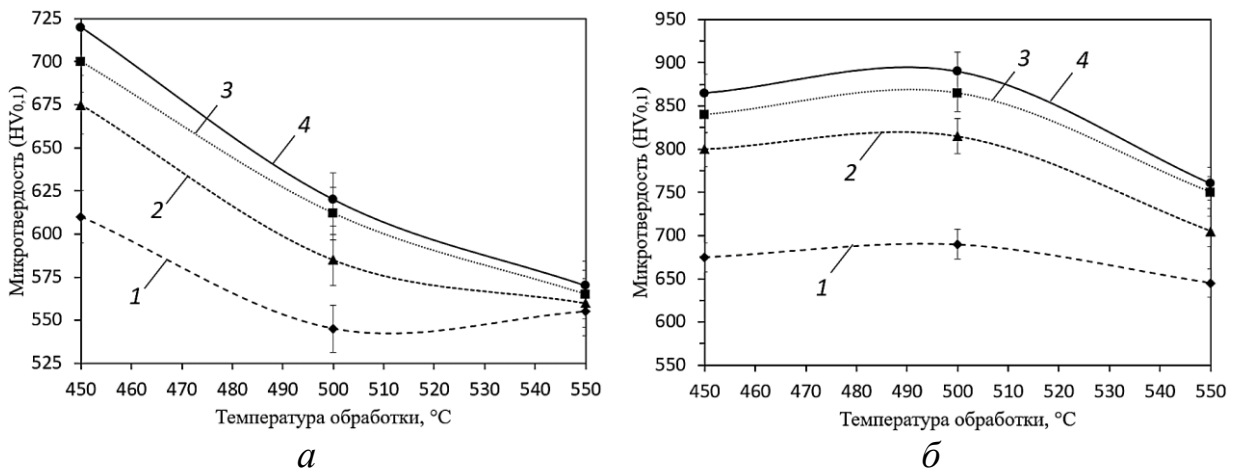


Рисунок 10 – Распределение поверхностной микротвердости от температуры ИА по радиусу образцов из стали марок 12X18H10T (а) и 13X11H2B2MФ-Ш (б) после деформационного измельчения структуры методом ИПДК:
1 – 0 мм; 2 – 2,5 мм; 3 – 5 мм; 4 – 7,5 мм

На рисунке 11 приведены результаты замеров микротвердости по глубине азотированного слоя после ИА исследуемых сталей.

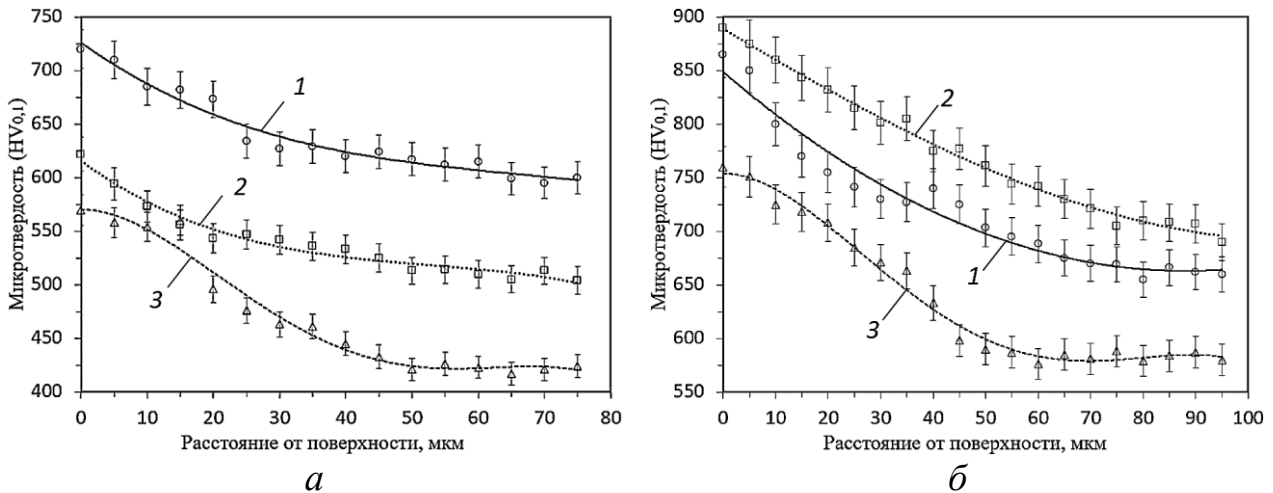


Рисунок 11 – Распределения микротвердости по толщине упрочненного слоя образцов из стали марок 12X18H10T (а) и 13X11H2B2MФ-Ш (б) после деформационного измельчения структуры методом ИПДК с последующим ИА в течение 6 ч: 1 – 450 °C; 2 – 500 °C; 3 – 550 °C

Анализ полученных графиков показал, что для стали марки 12X18H10T с увеличением температуры ИА с 450 °C до 550 °C происходит падение микротвердости сердцевины материала на ~ 40 % (см. рисунок 11, а). Максимальное значение микротвердости основы сохраняется при 450 °C. Для стали марки 13X11H2B2MФ-Ш максимальное значение твердости достигается при 500 °C (см. рисунок 11, б), а дальнейшее увеличение температуры до 550 °C приводит к снижению микротвердости сердцевины на ~ 20 %.

Для обеих сталей при температурах обработки 550 °C (см. рисунок 11, кривая 3) характер распределения микротвердости по глубине упрочненного слоя приобретает вид, характерный для сталей с КЗ структурой. Это связано с тем, что с увеличением температуры обработки и, следовательно, размера структурных составляющих материала процессы зернограничной диффузии протекают медленнее, и в приповерхностном слое появляются скопления азотистых фаз, которые на графике определяются в виде «полки» от поверхности. Следует отметить, что при продолжительности ИА в течение 6 часов толщина упрочненного слоя у стали марки

13X11Н2В2МФ-Шв $\sim 1,5$ раза больше, чем у стали марки 12X18Н10Т, что связано, в первую очередь, меньшим содержанием Cr в составе стали, который путем образования нитридов замедляет диффузионные процессы.

С целью дальнейшего промышленного применения результатов исследований низкотемпературного ЛИА сталей после деформационного измельчения структуры методом ИПДК в ИФМ УрО РАН под руководством заведующего отделом материаловедения и лабораторией механических свойств Макаровым А.В. были подготовлены образцы из стали марки 12X18Н10Т методом поверхностной наноструктурирующей фрикционной обработки для последующего ЛИА при температурах 450, 500 и 550 °С (рисунок 12).

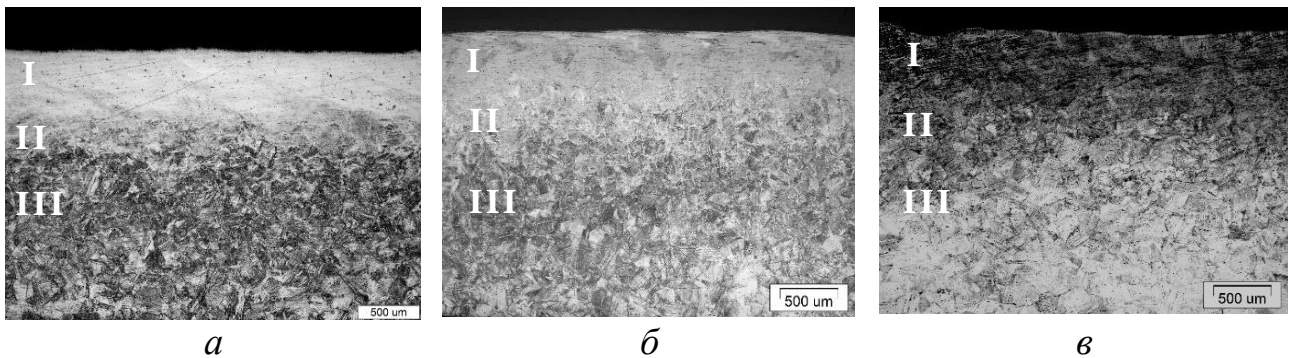


Рисунок 12 – Оптические снимки микроструктуры образцов из стали марки 12X18Н10Т после ИА при $P=150$ Па и $t=4$ ч.: а - 450°С; б - 500°С; в - 550°С

Анализ изображений микроструктуры образцов после ИА показал, что поверхностный слой имеет градиентную структуру, в котором можно выделить три зоны: I – область с измельченной структурой стали (микротвердость до ИА $600 \pm 20 HV_{0,1}$); II – переходная область; III – крупнозернистая основа ($200 \pm 20 HV_{0,1}$).

С целью определения толщины упрочненного слоя получены данные об изменении микротвердости в поперечном сечении (рисунок 13). В результате анализа полученных зависимостей изменения микротвердости в поперечном сечении образцов установлено, что наибольшая поверхностная твердость $910 \pm 20 HV_{0,1}$ (прирост 50%) достигается при температуре 450°С с общей толщиной упрочненного слоя ~ 650 мкм. Увеличение температуры до 500°С приводит к небольшому снижению поверхностной твердости $800 \pm 20 HV_{0,1}$ (прирост 33%) с толщиной упрочненного слоя до ~ 550 мкм, что вызвано активизацией начальной стадии процесса рекристаллизации.

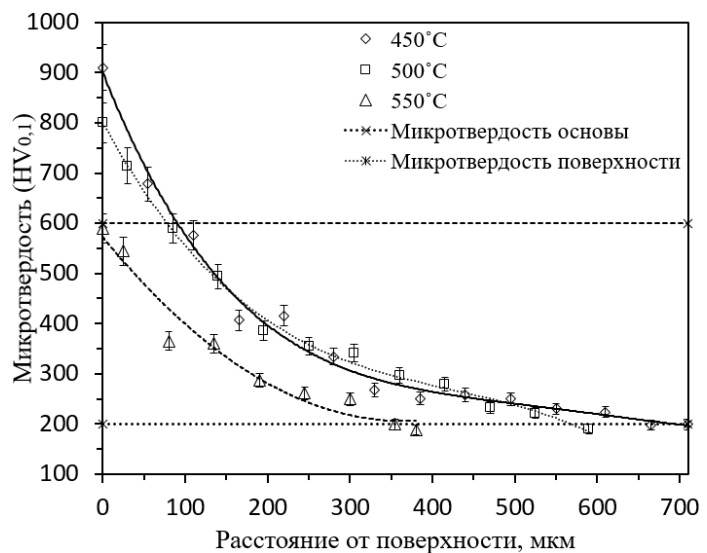


Рисунок 13 – Изменение микротвердости по толщине упрочненного слоя стали марки 12X18Н10Т

При повышении температуры обработки до 550°С значение поверхностной микротвердости не изменилось, а также произошло значительное снижение толщины упрочненного слоя до ~ 380 мкм вследствие рекристаллизации.

В пятой главе изложены результаты влияния ЛИА с ПК на структуру, фазовый состав и свойства упрочненного слоя стали мартенситного и перлитного

классов на примере стали марок 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА. Сущность предложенного способа ЛИА с ПК заключается в том, что участок детали, потенциально подверженный наибольшему износу, обрабатывается в плазме ТР повышенной плотности, которая создается в ПК. ПК представляет собой полость, образованную между обрабатываемой поверхностью и расположенным на расстоянии $h \sim 3 \dots 8$ мм от нее технологическим экраном в виде сетки (рисунок 14).

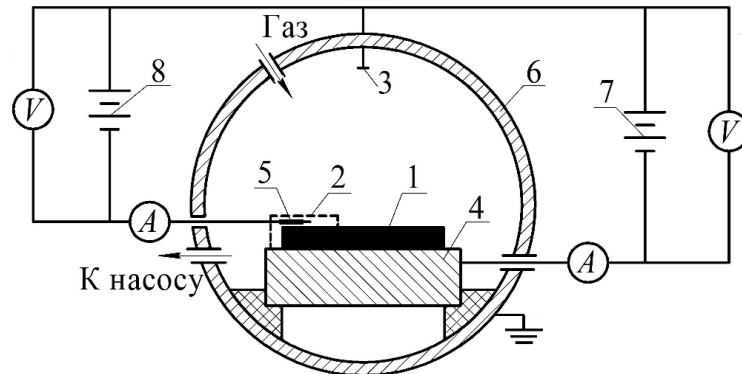


Рисунок 14 – Схема проведения процесса ЛИА с ПК: 1 – образец, 2 – технологический экран, 3 – анод, 4 – катод, 5 – зонд, 6 – вакуумная камера, 7 – источник питания ТР, 8 – источник питания зонда

Азотируемый образец и экран находятся под отрицательным потенциалом, тем самым создавая прикатодный барьер для высокоэнергичных электронов, многократно осциллирующих в полости ПК. В результате осцилляции время жизни электронов возрастает, что приводит к более эффективным процессам ионизации и возбуждения молекул газа, формируя плазму ТР с повышенной концентрацией заряженных частиц. В результате происходит интенсификация насыщения поверхности азотом по сравнению с участками, на которых данный эффект не проявляется вследствие увеличения концентрации азота на поверхности обрабатываемого материала. Это приводит к ускорению процесса диффузионного насыщения на высоконагруженных участках детали, сокращению длительности обработки и формированию упрочненного слоя с улучшенным комплексом свойств.

Исследование микроструктур (рисунок 15) сталей после ЛИА с ПК показало формирование двух участков, отличающихся толщиной азотированного слоя: I – азотированная с ПК; II – азотированная без ПК. Азотированный слой на оптических снимках проявляется как темный сильно травящийся слой. По результатам анализа микроструктур азотированных образцов (см. рисунок 15) установлено, что при ИА с ПК толщина азотированного слоя в 2-2,5 раза больше, чем при ИА без ПК.

Длина переходной зоны для исследуемых сталей составила ~ 3 мм. Характер перехода плавный, что подтверждается постепенным изменением толщины азотированного слоя на оптических снимках. Также анализ микроструктур исследуемых сталей показал плавный переход азотированного слоя к сердцевине материала, о чем свидетельствует градиентное изменение темного сильно травящего слоя.

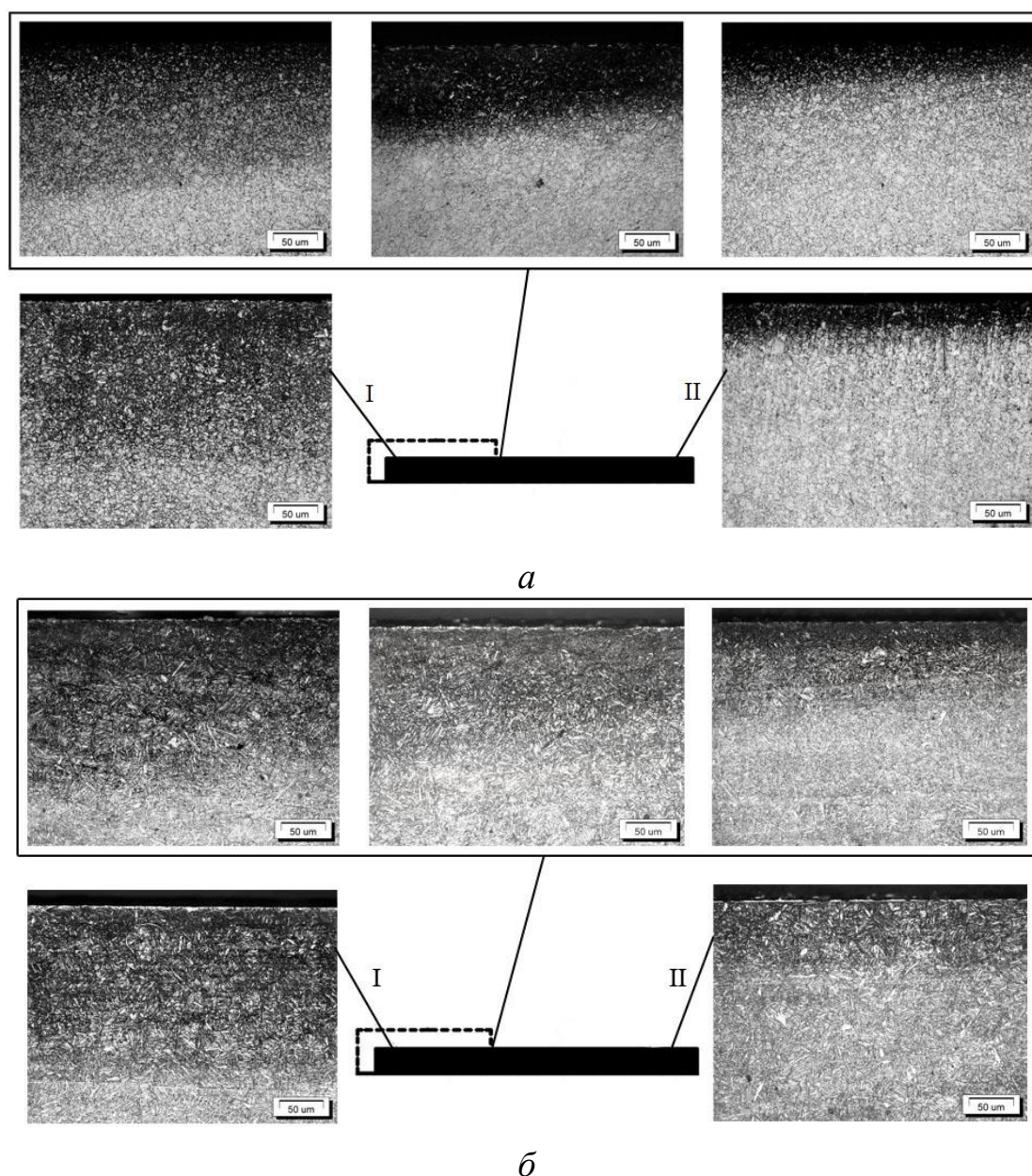


Рисунок 15 – Микроструктура стали марок 16Х3НВФМБ-Ш (а) и 38ХМЮА (б) после ЛИА с ПК ($T = 550^{\circ}\text{C}$, $P = 60$ Па, $U = 500$ В, $t = 12$ ч., $h = 5$ мм):
I – ИА с ПК; II – ИА без ПК

Измерения микротвердости исследуемых сталей до и после ЛИА с ПК проводили методом восстановленного отпечатка, широко применяемого для исследования тонких пленок, в том числе и диффузионных слоев, полученных различными методами ХТО. Результаты замеров поверхностной микротвердости исследуемых материалов до и после ЛИА с ПК приведены в таблице 2. Анализ результатов измерения микротвердости показал, что применение ПК при ИА незначительно повышает поверхностную микротвердость исследуемых сталей при $T = 550^{\circ}\text{C}$ и $t = 12$ ч.

Таблица 2 – Результаты замеров микротвердости с поверхности образцов

Исследуемые материалы	После ТО, $HV_{0,1}$	ИА без ПК, $HV_{0,1}$	ИА с ПК, $HV_{0,1}$
16Х3НВФМБ-Ш	400 ± 20	915 ± 20	940 ± 20
38ХМЮА	370 ± 20	990 ± 20	980 ± 20

Анализ графиков (рисунок 16) показал, что при ЛИА с ПК на поверхности материала образуются два участка. При этом на участке ИА с ПК толщина азотированного слоя в 2-2,5 раза больше, чем на участке ИА без ПК при $T = 550\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $t = 12\text{ ч}$.

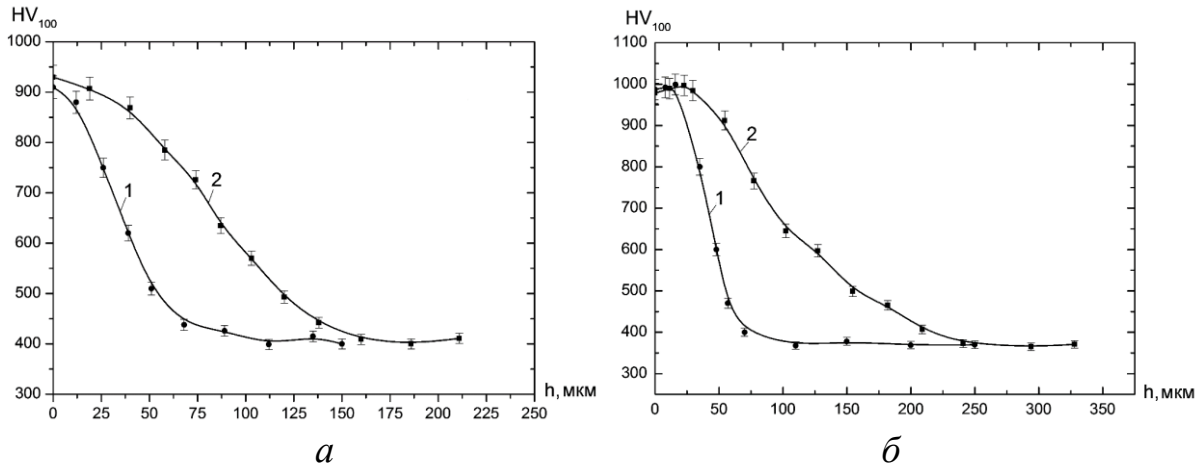


Рисунок 16 – Изменение микротвердости по толщине азотированного слоя при ЛИА для стали марок 16Х3НВФМБ-Ш (*а*) и 38ХМЮА (*б*):
1 – ИА без ПК, 2 – ИА с ПК

Поскольку сталь марки 38ХМЮА из-за высокого содержания *Al* склонна к охрупчиванию азотированного слоя, после ЛИА с ПК была проведена оценка хрупкости (рисунок 17) модифицированного слоя по методике, разработанной ВИАМ. Установлено, что в обоих случаях приведенные отпечатки соответствуют требованиям и допустимы для деталей авиационной техники.

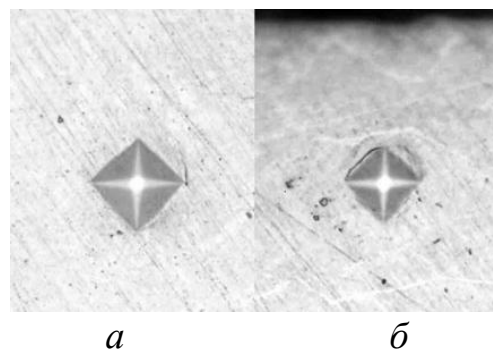


Рисунок 17 – Фотографии отпечатков индентора на поперечном шлифе образца из стали марки 38ХМЮА после ЛИА с ПК:
расстояние от поверхности 25 мкм (*а*); сердцевина (*б*)

Исследование фазового состава поверхности образцов из стали марок 16Х3НВФМБ-Ш и 38ХМЮА показало, что на участках ИА с ПК (рисунок 18, *б*, *з*) обнаружены рефлексы ε -фазы $Fe_{2-3}(N)$, $Fe_{2-3}(N, C)$, γ' -фазы Fe_4N , $Fe_4(N, C)$, а также фаз (CrN , $Cr(N, C)$). При этом на участках ИА с ПК интенсивность линий ε -фазы, γ' -фазы, а также нитридов и карбонитридов хрома выше, чем на участках ИА без ПК (рисунок 18, *а*, *в*), что указывает на увеличение объемной доли данных фаз на поверхности стали. Следует отметить отсутствие у стали марки 38ХМЮА фаз Cr_2N , $Cr_2(N, C)$ по сравнению со сталью марки 16Х3НВФМБ-Ш.

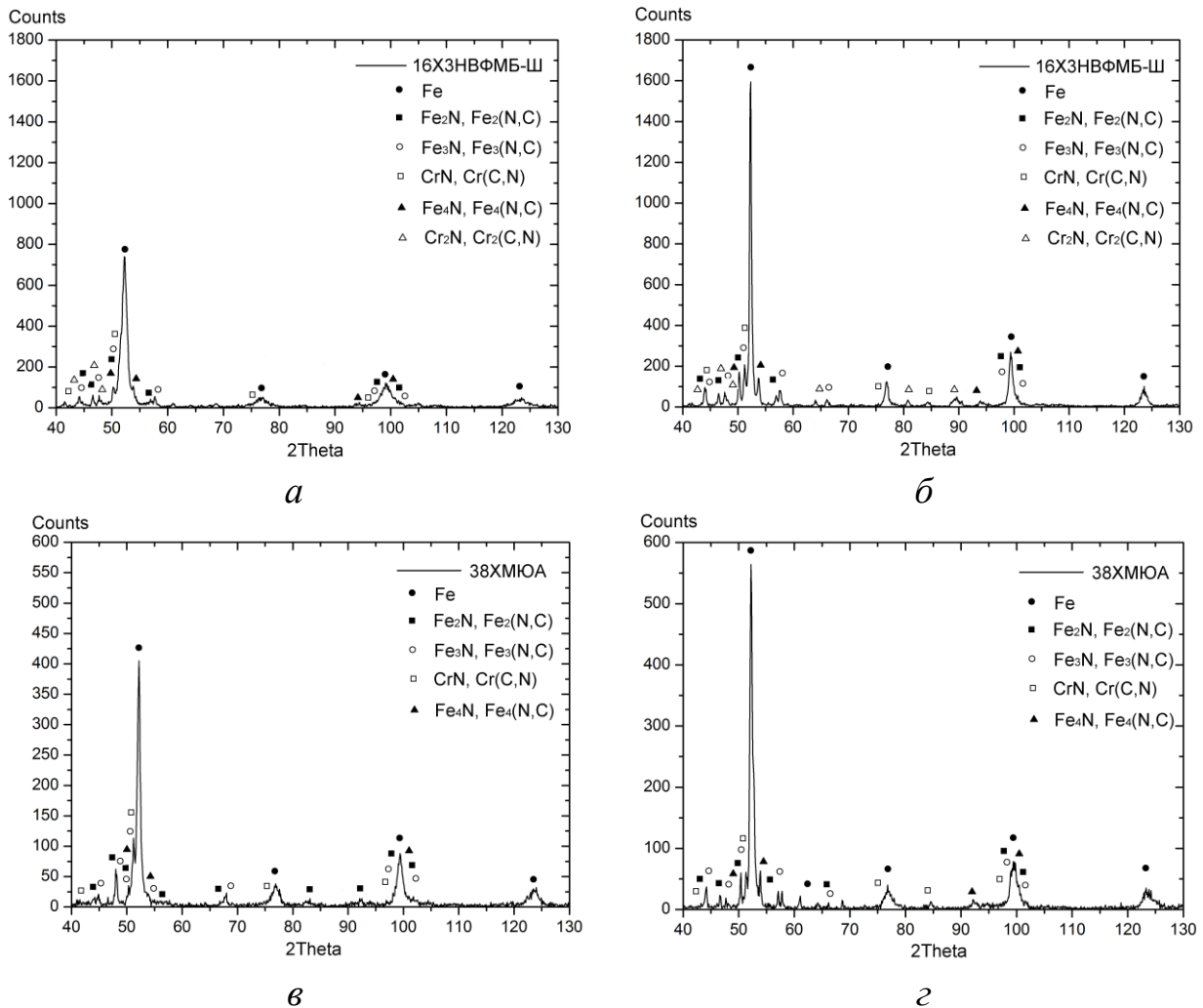


Рисунок 18 – Дифрактограммы с поверхности образцов из стали марки 16X3HBFMB-III: *а* – ИА без ПК, *б* – ИА с ПК; из стали 38XMIYA: *в* – ИА без ПК, *г* – ИА с ПК

Образование карбонитридов при ЛИА с ПК связано с проведением процесса насыщения в многокомпонентной газовой среде с присутствием C_2H_2 . При этом образование карбонитридов $Fe_3(N, C)$ возможно только в условиях высокой науглероживающей способности, при которой γ -фаза начинает растворять углерод. Образованные карбонитриды $Fe_{2-3}(N, C)$ после ИА благоприятно влияют на эксплуатационные свойства поверхности, уменьшая ее хрупкость и увеличивая износостойкость, чем Fe_3C или $Fe_{2-3}N$.

На рисунке 19 приведены микроструктуры стали марки 16X3HBFMB-III на острых кромках после ИА с ПК.

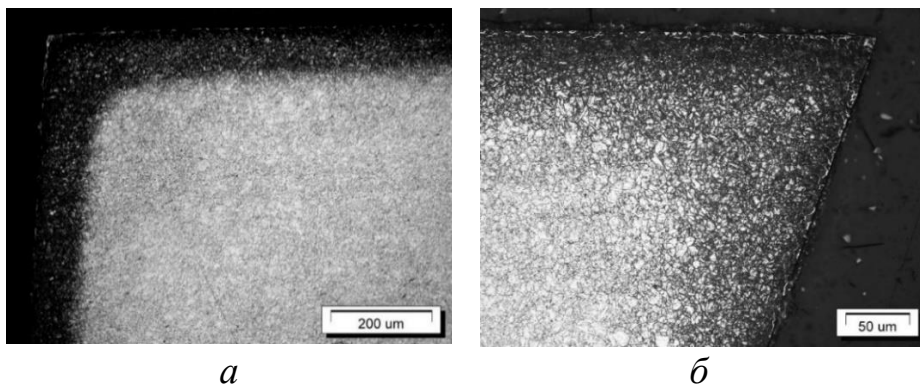


Рисунок 19 – Микроструктура стали марки 16X3HBFMB-III после ИА с ПК при длительности: *а* – 5 ч; *б* – 3 ч

Установлено, что применение ПК при ИА позволяет избежать образования на острых кромках деталей грубой нитридной сетки вследствие активного распыления поверхности материала ионами аргона.

С целью оценки эффективности предлагаемой технологии упрочнения методом ЛИА с ПК, определения трибологических характеристик исследуемых материалов в диссертационной работе были проведены триботехнические испытания на высокоскоростном трибометре *Nanovea*. Выбор метода и назначение режимов триботехнических испытаний проводят, исходя из условий эксплуатации пар трения, действующих нагрузок, скорости, температуры, условий смазки, наличия абразивной среды. Однако в некоторых случаях с целью экспресс-анализа режимы испытаний допускается форсировать путем ужесточения внешнего воздействия.

Триботехнические испытания проводились, а их результаты сравнивались по трем образцам для каждой из исследуемых сталей: №1 – после ТО, №2 – после ИА без ПК (зона II), №3 – после ИА с ПК (зона I).

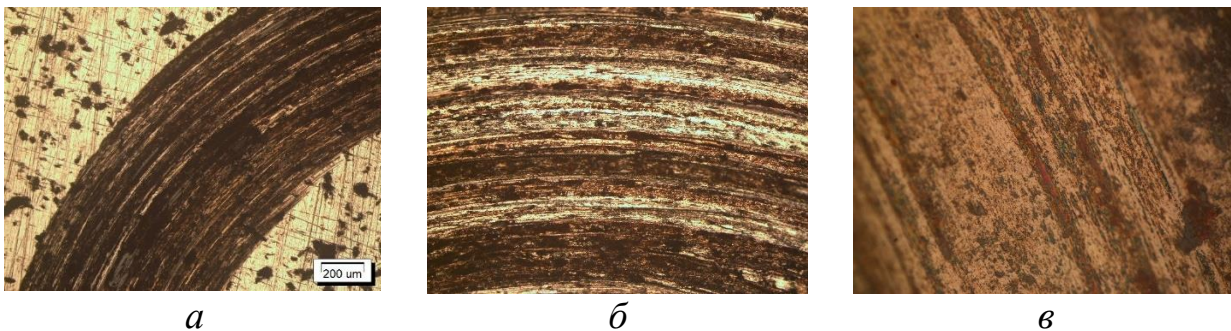


Рисунок 20 – Фотографии треков износа образцов из стали марки 16Х3НВФМБ-Ш: а – №1, б – №2, в – №3

Установлено, что ИА с ПК при $T = 550\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $t = 12\text{ ч}$ ведет к повышению износостойкости поверхности стали марок 38ХМЮА и 16Х3НВФМБ-Ш в 1,6-1,7 раза, по сравнению с ИА без ПК, и в 12-14 раз по сравнению с исходным состоянием. Установлено, что применение ПК при ИА не влияет на механизм изнашивания (рисунок 20).

В шестой главе изложены результаты влияния ЛИА в МП на структуру, фазовый состав и свойства упрочненного слоя стали ледебуритного класса на примере стали марки Р6М5 после ИПДК и последующей ТО. Модельные образцы для исследований были получены в НИИ ФПМ УУНиТ под руководством д.ф.м.н., проф. Р.З. Валиева. Установлено, что предварительная ИПДК (осадка 43%, $n=1,5$ об., $P=4$ ГПа) стали марки Р6М5 позволяет раздробить крупные нерастворенные карбиды и равномерно распределить их в объеме материала, устранив карбидную строчечность и полосчатость после прокатки, а также заменить трехкратный отпуск при температуре $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ на однократный без увеличения количества остаточного аустенита в материале после ТО с увеличением твердости до 67 НРС.

В рамках диссертационной работы разработан новый способ ЛИА в МП, позволяющий интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза на рабочих участках деталей путем создания повышенного градиента концентрации диффундирующего элемента на отдельных поверхностях деталей путем дополнительной ионизации газовой среды в МП. На рисунке 21 приведена схема реализации ЛИА в МП. При обработке рабочий участок детали находится в зоне плазмы азота повышенной плотности, которая создается в тороидальной области магнитной системы осциллирующими электронами, движущимися по циклоидальным замкнутым траекториям в скрещенных электрических и магнит-

ных полях. Для исследования влияния МП на толщину упрочненного слоя образцы располагали на расстояниях 0, 12, 20, 60 мм от магнитной системы для имитации штампового инструмента типа «пуансон» (рисунок 21).

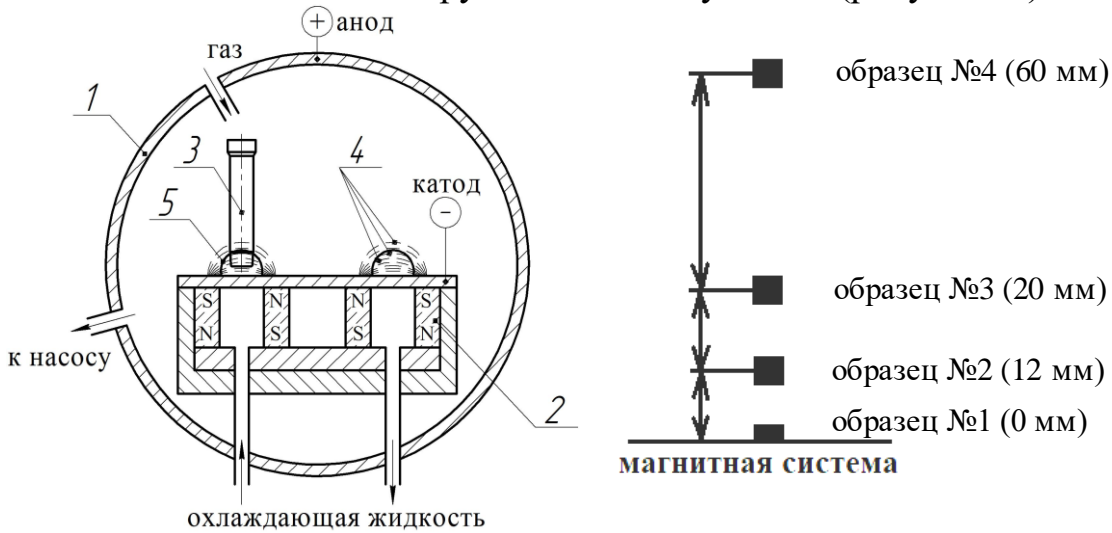


Рисунок 21 – Схема проведения процесса ИА на установке ЭЛУ-5М: 1 – вакуумная камера, 2 – магнитная система, 3 – обрабатываемая деталь, 4 – силовые линии МП, 5 – область плазмы ТР повышенной плотности

На рисунке 22 приведены фотографии микроструктуры образцов из стали Р6М5 после ЛИА в МП на различных расстояниях от магнитной системы.

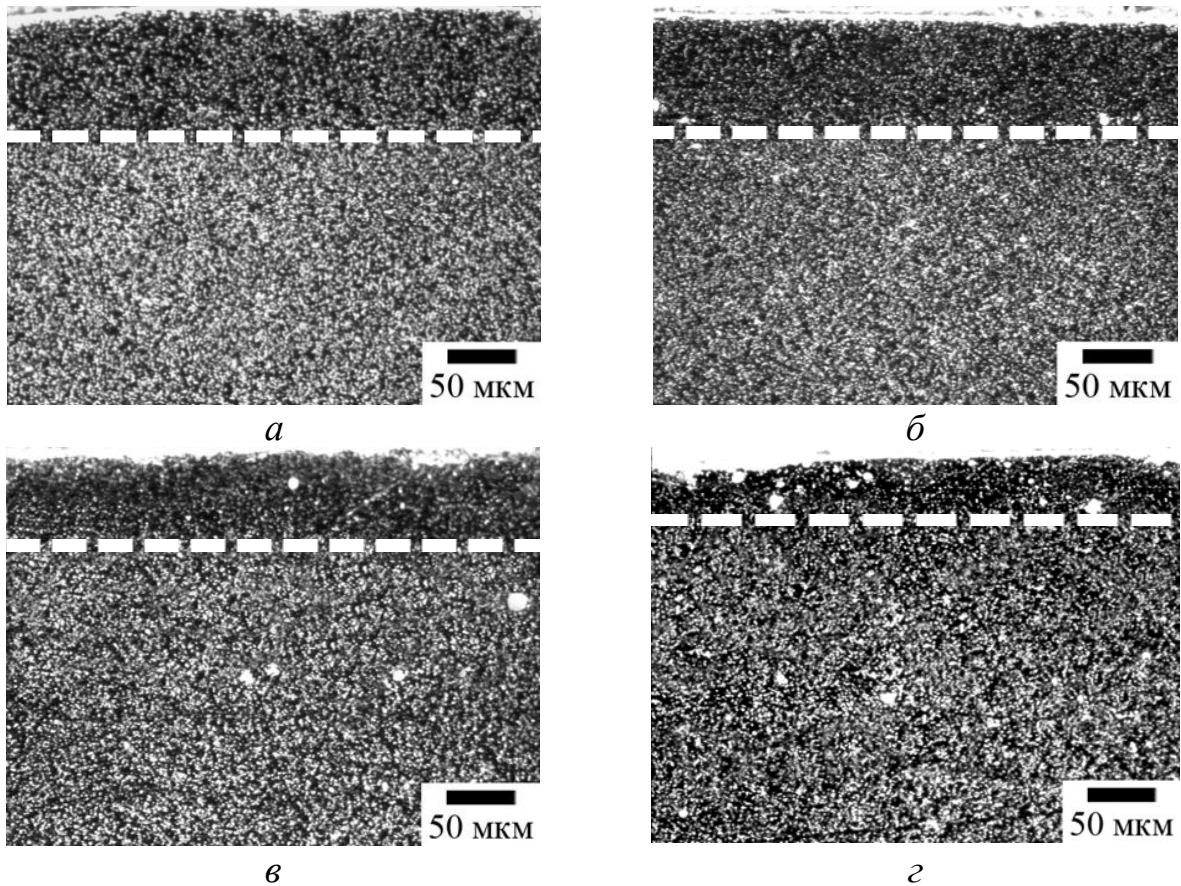


Рисунок 22 – Микроструктура образцов стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и азотирования в МП на расстоянии от магнитной системы: а – 0 мм, б – 12 мм, в – 20 мм, г – 60 мм

Анализ снимков структур стали марки Р6М5 по ЛИА в МП показал, что по мере отдаления образцов от магнитной системы толщина темной диффузионной

зоны плавно уменьшается. Установлено, что толщина диффузионной зоны у образца №1, находящемся в зоне влияния МП, в $\sim 2-2,5$ раза больше, чем у образца №4, не подверженного влиянию МП. Это связано с осцилляцией электронов в «магнитной ловушке» и, как следствие, высоким градиентом концентрации диффундирующего элемента на обрабатываемой поверхности.

На рисунке 23, а приведены снимки микроструктуры упрочненного слоя образца из стали марки Р6М5 после ИА в течение 6 ч. Исследование микроструктуры показало, что после ИПДК, ТО и последующего ИА при температуре 550°C протяженность зоны диффузионного насыщения в $2-2,5$ раза больше, чем у образцов без ИПДК вследствие активной диффузии азота вглубь материала, что связано с разностью термодинамических потенциалов образования твердого раствора нитридов и большой плотностью дефектов.

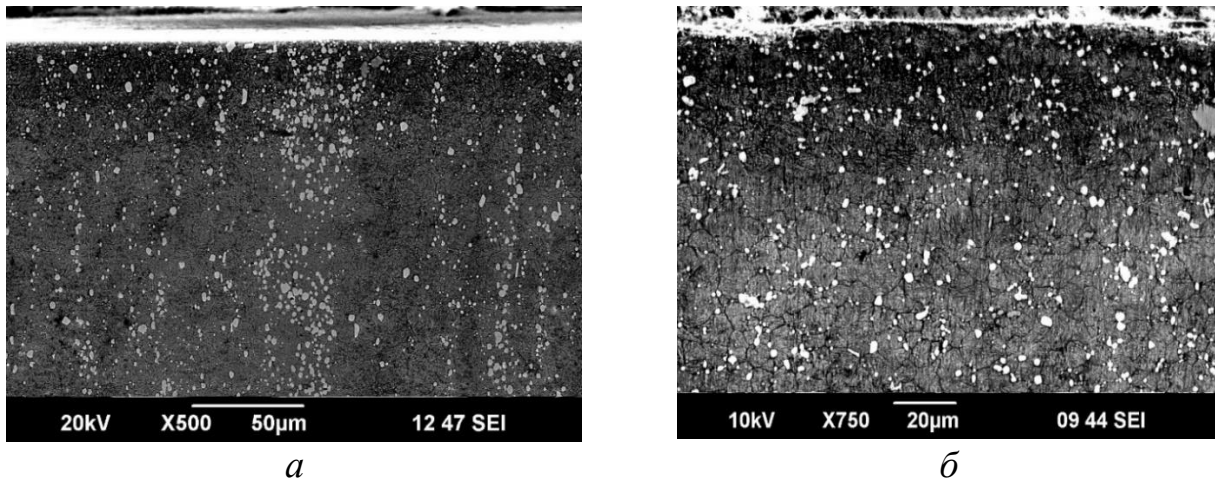


Рисунок 23 – Структура азотированного слоя стали марки Р6М5 после ИА ($T=550^\circ\text{C}$, $P=150$ Па, $t=6$ ч., $U=500$ В): а – без ИПДК; б – после ИПДК и ТО

Анализ результатов измерения микротвердости (рисунок 24) показал, что после ИА материала с предварительной ИПДК изменение микротвердости по толщине упрочненного слоя более плавный, что связано с возникшими благоприятными условиями для протекания диффузионных процессов вследствие образования несовершенства структуры после ИПДК.

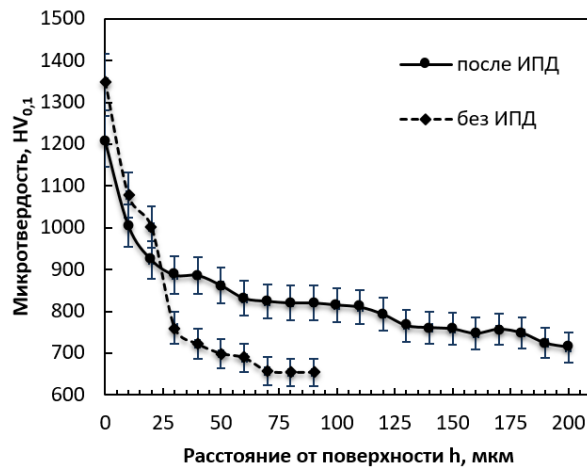


Рисунок 24 - Кривые изменения микротвердости по толщине упрочненного слоя стали марки Р6М5 до и после ИПДК

Установлено, что прирост поверхностной микротвердости после ИА для материала, прошедшего ИПДК, составил $\sim 1,7$ раза, а для материала, не прошед-

шего ИПДК, ~ 2 раза (рисунок 24). Большой прирост микротвердости у материала, не прошедшего ИПДК, связан с образованием в приповерхностном слое материала высокоазотистых нитридных фаз, сдерживающих процесс проникновения азота вглубь материала и увеличивающих поверхностную микротвердость.

Исследование фазового состава поверхности (рисунок 25) и зоны внутреннего азотирования (рисунок 26) исследуемой стали марки Р6М5 проводилось с использованием рентгеноструктурного анализа. На рисунке 25 представлены полученные дифрактограммы с поверхности образцов из стали марки Р6М5 после ИА в исходном состоянии (рисунок 25, а) и после проведения ИПДК (рисунок 25, б).

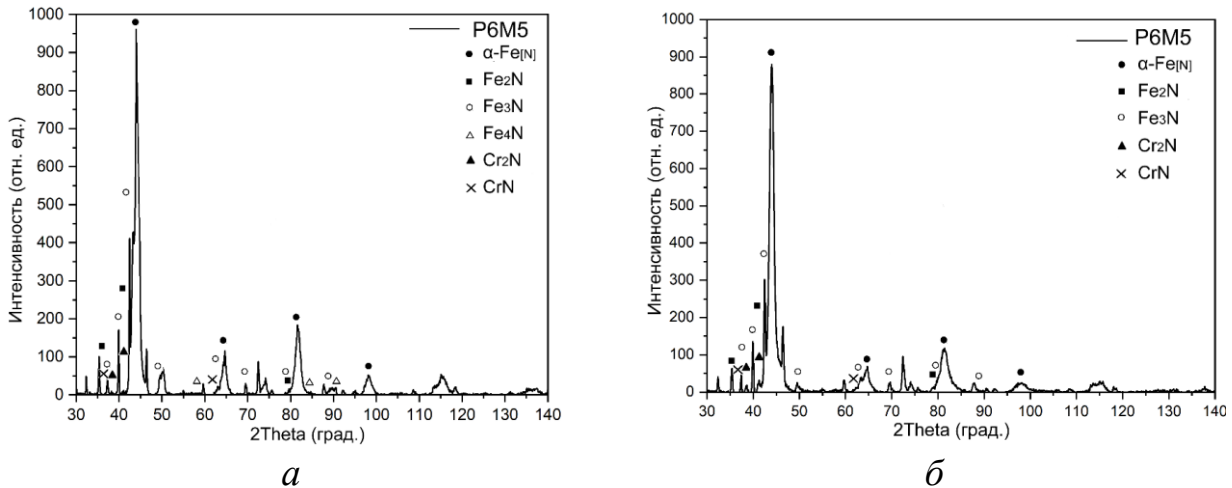


Рисунок 25 – Дифрактограммы с поверхности образцов из стали марки Р6М5 после ИА: а – без ИПДК, б – после ИПДК

Рентгеноструктурный анализ фазового состава поверхности стали марки Р6М5 после ИА без предварительного ИПДК (рисунок 25, а) показал присутствие ε -фазы (Fe_2N , Fe_3N), γ' -фазы (Fe_4N), азотистого α -твердого раствора ($\alpha-Fe[N]$) и CrN , Cr_2N . У образца после ИПДК, ТО и последующего ИА (рисунок 25, б) обнаружены аналогичные фазы за исключением нитрида Fe_4N (γ' -фазы).

Анализ полученных дифрактограмм показал уменьшение интенсивности пиков нитридных фаз у стали марки Р6М5 после ИА с предварительным ИПДК и ТО, что свидетельствует об уменьшении концентрации азота в приповерхностном слое по сравнению с образцом, который не прошел ИПДК. Уменьшение количества азота на поверхности материала связано с его оттоком вглубь образца из-за благоприятных условий (большая плотность дефектов и т.д.) протекания диффузионных процессов, созданных ИПДК. Это подтверждается результатами замеров микротвердости с поверхности стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и последующего ИА ($\sim 1210 HV_{0,1}$), чем у образца, не прошедшего ИПДК ($\sim 1350 HV_{0,1}$).

На рисунке 26 представлены дифрактограммы образцов из стали марки Р6М5 на расстоянии ~ 30 мкм от поверхности после ИА в исходном состоянии (рисунок 26, а) и после проведения ИПДК (рисунок 26, б).

Рентгеноструктурный анализ фазового состава стали марки Р6М5 проводили путем послойного травления поверхностного упрочненного слоя стали. Анализ дифрактограммы образца данной стали, прошедшего ИА без предварительной ИПДК (рисунок 26, а), показал значительное уменьшение пиков ε -фазы (Fe_2N , Fe_3N), γ' -фазы (Fe_4N), азотистого α -твердого раствора ($\alpha-Fe[N]$) и CrN , Cr_2N и небольшое сужение в основании пиков $\alpha-Fe[N]$. Это объясняется резким уменьшением концентрации азота на расстоянии ~ 30 мкм от поверхности и подтверждается замерами микротвердости (рисунок 24). Высокоазотистые нитриды,

образованные на поверхности материала, препятствуют, а в некоторых случаях блокируют процессы диффузии азота вглубь материала.

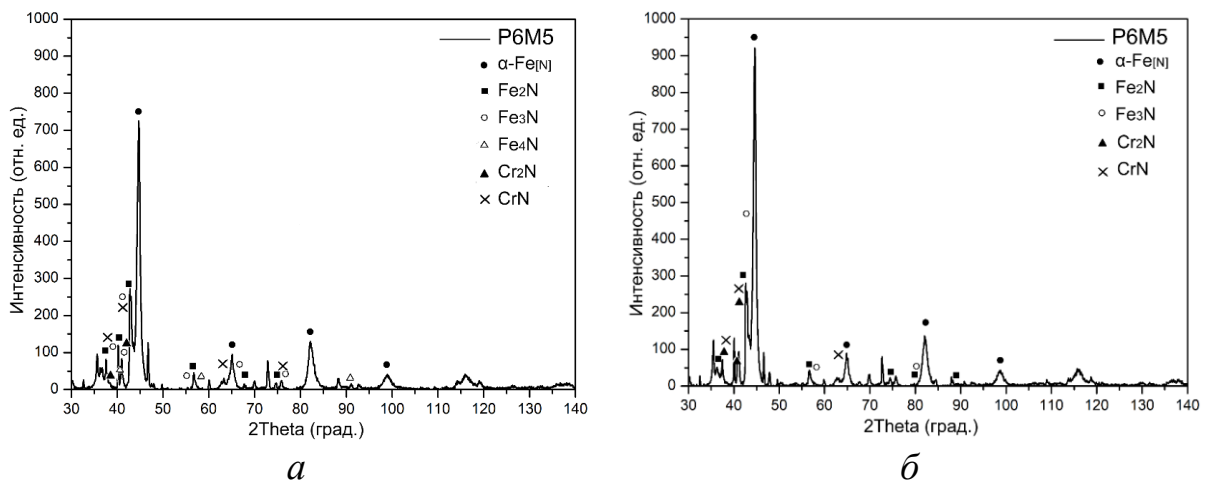


Рисунок 26 – Дифрактограммы образцов из стали марки Р6М5 после ИА:
а – без ИПДК, б – после ИПДК

Анализ полученных дифрактограмм показал сравнительно меньшее падение интенсивности пиков нитридов Fe и Cr у стали марки Р6М5 после ИПДК, ТО и последующего ИА. Это подтверждается более плавным изменением микротвердости по толщине модифицированного слоя.

Исследования методом склерометрии свойств поверхности инструментальной стали марки Р6М5 после ИА в МП проводились на приборе «*CSM SCRATCH TESTER*» при начальной 0,03 Н и конечной 10 Н нагрузках на индентор при скорости его перемещения 1 мм/сек. на длине 3 мм. Данная методика исследования свойств поверхности моделирует процесс абразивного износа, который является преобладающим видом разрушения в инструментах, работающих на износ. На рисунке 27 представлены микрофотографии царапин поверхности образцов после ИА.

Царапины, приведенные на рисунке 27, имеют ровные края и пригодны для измерения ширины. Анализ микрофотографий царапин показал, что ширина царапины на образце, прошедшем ИПДК, ТО и последующее ИА (рисунок 27, б), на 1,5 мкм меньше, чем у образца после ИА без ИПДК (рисунок 27, а), ширина которой составляет ~ 6,5 мкм.

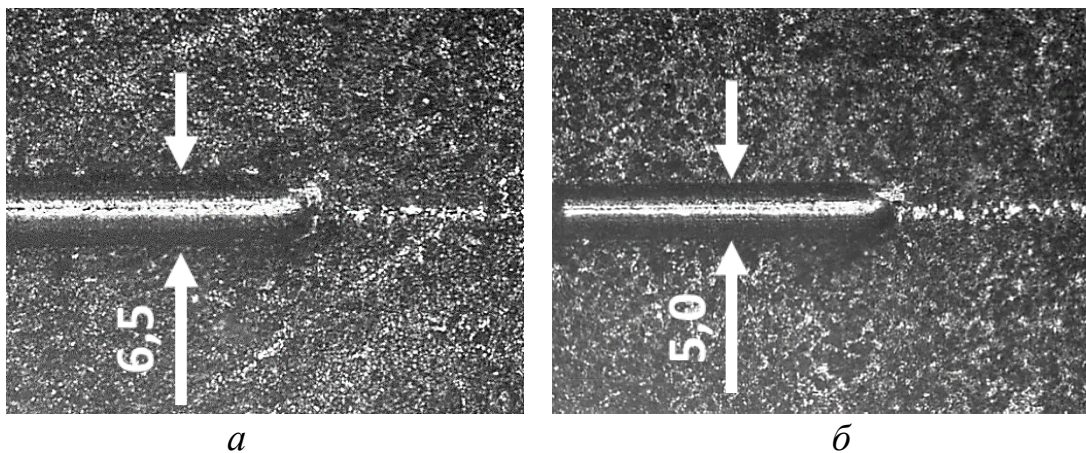


Рисунок 27 – Микрофотография царапин поверхности азотированных образцов из стали марки Р6М5: а – исходный образец, б – после ИПДК

Разница между глубиной проникновения индентора и восстановленной глубиной царапины азотированного слоя при $F_n=9Н$ составляет $h_1=3,8$ мкм (рисунок 28, а), а у образца с ИПДК эта разница составила $h_2=2$ мкм (рисунок 28, б).

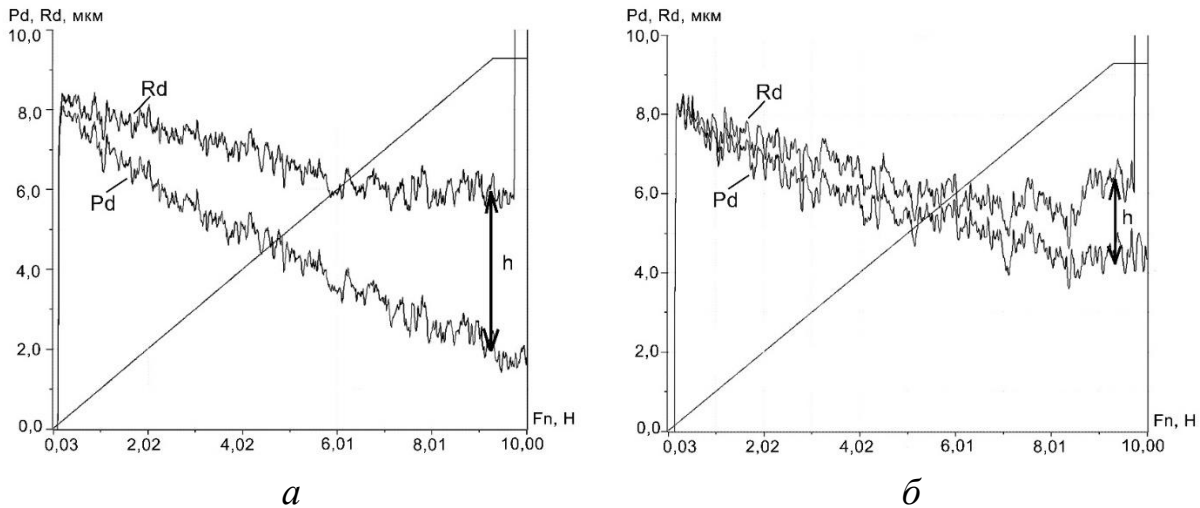


Рисунок 28 – Результаты склерометрических исследований азотированных образцов из стали марки Р6М5:

Pd – глубина проникновения индентора, Rd – восстановленная глубина царапины; а – исходный образец, б – после ИПДК

Таким образом, установлено, что предварительная ИПДК и ТО перед процессом ИА повышает износостойкость материала вследствие формирования на поверхности материала структуры из высокоазотистых нитридов ϵ -фазы, γ' -фазы и легирующего элемента хрома CrN , Cr_2N , которые позволяют упрочненному слою выдерживать большие нагрузки без разрушения.

В седьмой главе представлены зависимости влияния содержания водорода в многокомпонентной газовой среде при ИА и величины температуры на интенсификацию процесса формирования диффузионной зоны, а также на образование дефектов структуры и охрупчивание исследуемых сталей марок 16Х3НВФМБ-Ш, 38Х2МЮА, 12Х18Н10Т, 13Х11Н2В2МФ-Ш. Установлено, что приемлемым значением содержания водорода в рабочем газе при ИА стали марок 12Х18Н10Т и 13Х11Н2В2МФ-Ш является 15%.

Разработанные в рамках диссертационной работы способы ЛИА с ПК (патенты №2534906, №2534907), ЛИА в МП (патенты №2640703, №2654161), создания макронеоднородной структуры при ИА (патенты №2534907, №2664106, №2662518), а также способы, позволяющие повысить эффективность ИА конструкционных материалов (патенты №2558320, №2562187, №2562185, №2687616), использованы при разработке ТП ЛИА, позволяющих обрабатывать отдельные участки деталей машин и механизмов, подверженных интенсивному износу, а также упрочнять детали, подверженные короблению.

Совокупность полученных теоретических и экспериментальных результатов, разработанные технологические рекомендации позволили в рамках диссертационной работы разработать новый ТП ЛИА с ПК и произвести обработку опытной партии детали «шестерня» из конструкционной стали мартенситного класса 16Х3НВФМБ-Ш, производимой на предприятии ПАО «ОДК-УМПО», известного производителя турбореактивных авиационных двигателей, газоперекачивающих агрегатов и узлов вертолетной техники. Разработке технологии ЛИА с ПК предшествовало моделирование процесса МКЭ с применением модуля для расчета параметров ТР (рисунок 29).

Разработанный ТП характеризуется сокращением длительности обработки в 1,5 раза, отсутствием доводочной механической операции после ИА, обеспечивает получение равномерного азотированного слоя ~ 200 мкм по всей длине профиля зуба детали (рисунок 30).

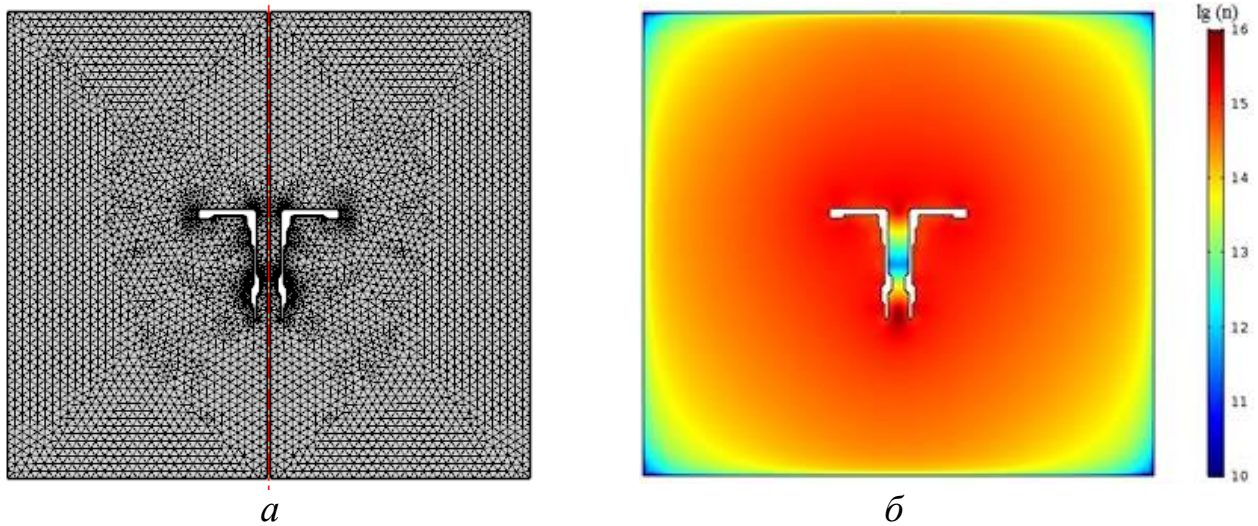


Рисунок 29 – Разбиение на элементы (а) и теоретическое распределение концентрации ионов (б) в детали шестерня при ЛИА с ПК при напряжении разряда 500 В

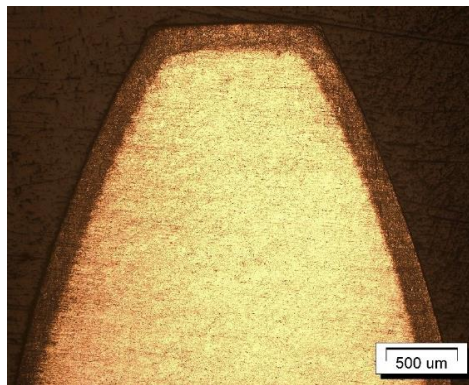


Рисунок 30 – Равномерность азотированного слоя по профилю зуба детали после ЛИА с ПК

Совокупность полученных теоретических и экспериментальных результатов исследования влияния мелкозернистой структуры на физико-механические и эксплуатационные характеристики упрочненного слоя при ИА, разработанный патент РФ №2664106, а также технологические рекомендации позволили в рамках диссертационной работы разработать новый ТП низкотемпературного ЛИА детали «шток» (рисунок 31) из стали марки 12Х18Н10Т, производимой научно-производственной фирмой «Пакер» (г. Октябрьский).

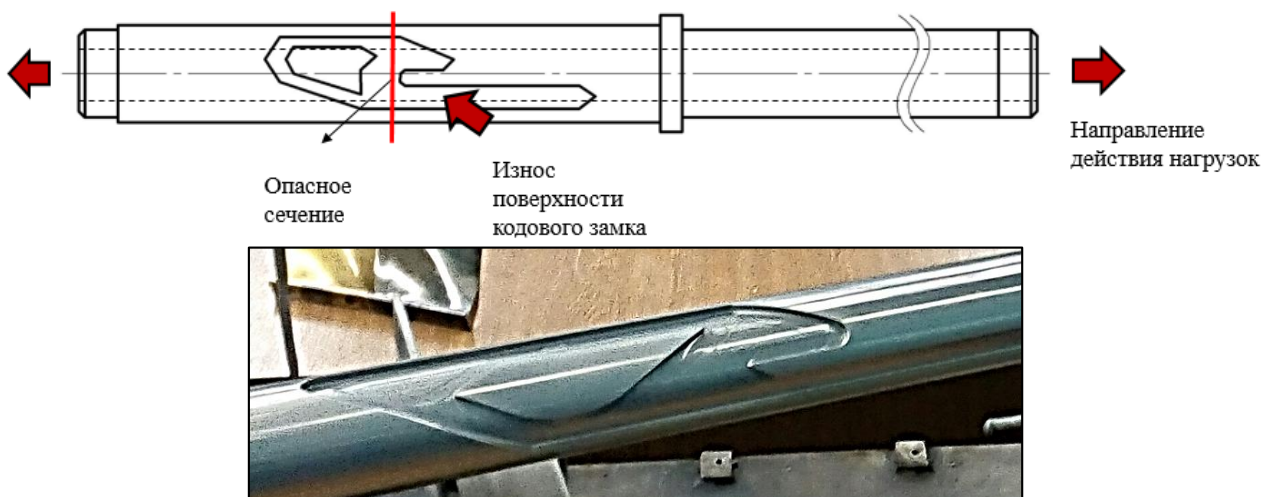


Рисунок 31 – Деталь «шток»

Перед ЛИА рабочие участки детали подвергались холодной механической обработке для измельчения структуры поверхности материала с целью интенсификации диффузионных процессов при низкотемпературной обработке. Посредством данной обработки на рабочих участках поверхности формируется мелкозернистая структура (рисунок 32).

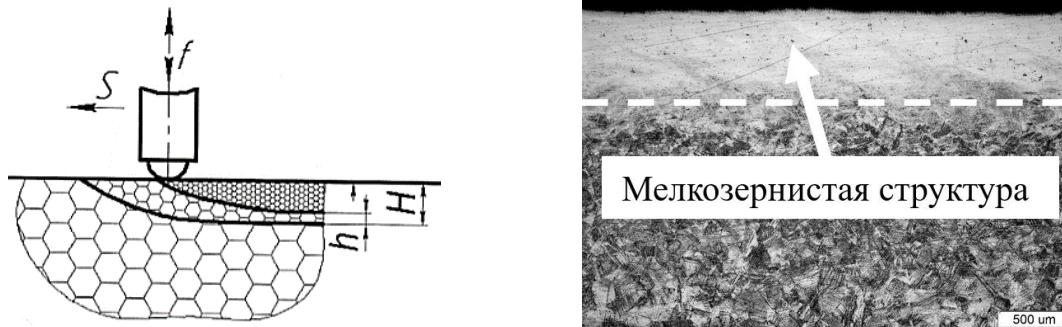


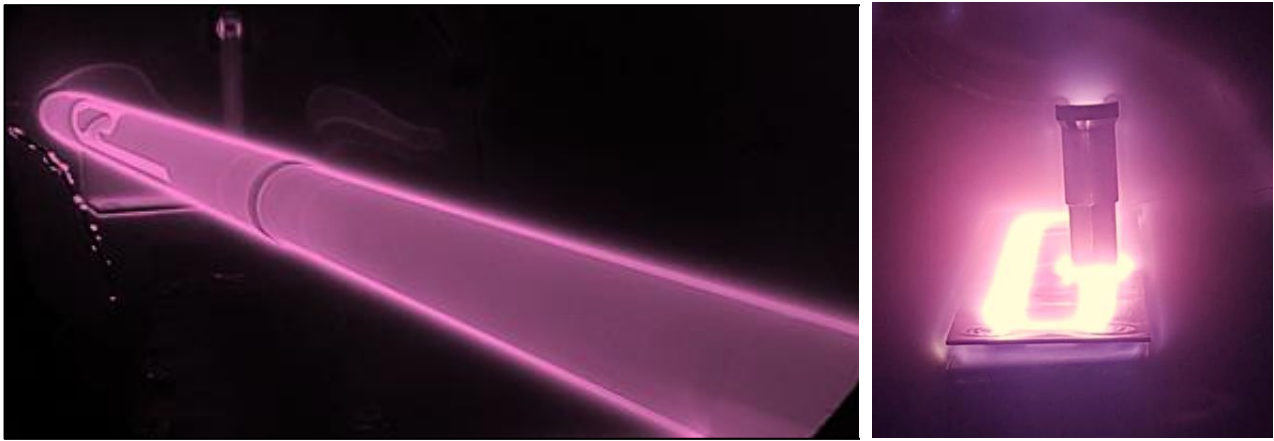
Рисунок 32 – Схема деформационного измельчения структуры на поверхности детали

Таким образом, в рамках диссертационной работы разработан новый ТП низкотемпературного ЛИА (рисунок 33), позволяющий проводить низкотемпературную до 450 °С обработку (рисунок 34, а) сложнопрофильных деталей машиностроения, склонных к короблению с предварительным изменением структуры материала путем ее измельчения методами поверхностной пластической деформации на отдельных интенсивно изнашиваемых участках.

Апробация новой технологии на длинномерной детали «шток» позволила получить на требуемой поверхности детали упрочненный слой с улучшенными механическими свойствами и эксплуатационными характеристиками с сохранением коррозионной стойкости материала вследствие обработки при 450 °С, а также исключить из заводского технологического процесса операцию «рихтовка».



Рисунок 33 – Блок-схема ТП низкотемпературного ЛИА детали «шток»



а

б

Рисунок 34 – Процесс локального упрочнения деталей «шток» (а) и «пуансон» (б)

Также разработана и апробирована новая технология нанесения многослойного покрытия с предварительным локальным ионным азотированием в магнитном поле на просечные пуансоны D090001-0061050-110 (рисунок 34, б). По результатам проведенных производственных испытаний по серийной технологии на холодновысадочных автоматах M16-S2CNF №44136 цеха №14 АО «БелЗАН» установлено, что комбинированное многослойное покрытие позволяет повысить стойкость инструмента в 1,5-2 раза.

ВЫВОДЫ

1. Разработаны способы локальной интенсификации диффузионных процессов на отдельных участках деталей при ИА с помощью плазмы ТР повышенной плотности, создаваемой ПК или МП, а также предварительным деформационным измельчением структуры поверхностного слоя материала. При этом в материале формируются упрочненные участки, отличающиеся толщиной и свойствами упрочненного слоя. Установлено, что увеличение концентрации ионов азота в $\sim 1,75$ раза в катодной полости, образованной технологическим экраном, приводит к локальному увеличению скорости диффузии в 2-2,5 раза по сравнению с традиционным ИА.

2. Разработана численная модель с применением МКЭ, позволяющая проводить расчеты параметров плазмы ТР, тепловых и диффузионных процессов при ЛИА стальных деталей сложных конфигураций. Разработана аналитическая модель с применением экспериментально-статистического метода, позволяющая описать влияние технологических параметров процесса ИА на температуру подложки с точностью 92%. Разработано программное обеспечение для расчета параметров процесса диффузионного насыщения при ИА, учитывающее размер зерна обрабатываемого материала и позволяющее прогнозировать толщину и фазовый состав диффузионного слоя. Это позволит прогнозировать результаты локальной упрочняющей обработки без дополнительных натуральных экспериментов.

3. Установлено, что предварительное деформационное измельчение структуры стали аустенитного и мартенситного классов марки 12X18H10T и 13X11H2B2MФ-III методом ИПДК позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения при низкотемпературном 450°C ИА в течение 6 ч в 2-2,5 раза по сравнению с крупнозернистым состоянием без разупрочнения основы материала. При этом максимальное поверхностное упрочнение по сравнению с исходной структурой для стали марки 12X18H10T составила около 40%, а для стали марки 13X11H2B2MФ-III – около 20% в результате образования преимущественно высокоазотистых нитридов железа.

4. Установлено, что применение ПК при ЛИА позволяет интенсифицировать процесс диффузионного насыщения в 2-2,5 раза и увеличить износостойкость поверхности стали перлитного и мартенситного классов марки 38ХМЮА и 16ХЗНВФМБ-Ш без изменения механизма изнашивания в 1,6-1,7 раза, по сравнению с ИА без ПК, и в 12-14 раз – по сравнению с исходным состоянием, за счет формирования в поверхностном слое исследуемых материалов многофазной структуры, состоящей из ε -фазы $Fe_{2-3}(N)$, $Fe_{2-3}(N, C)$, γ' -фазы Fe_4N , $Fe_4(N, C)$, а также $(CrN, Cr(N, C), Cr_2N, Cr_2(N, C))$ с избежанием образования на острых кромках деталей грубой нитридной сетки, вследствие активного распыления поверхности материала ионами аргона при температуре подложки 550°C и длительности упрочнения 12 ч.

5. Установлено, что предварительная ИПДК стали ледебуритного класса марки Р6М5 перед процессом ЛИА позволяет раздробить крупные нерастворенные карбиды и равномерно распределить их в объеме материала, устранив карбидную строчечность и полосчатость после прокатки, а также заменить трехкратный отпуск при температуре 560°C на однократный без увеличения остаточного аустенита в материале после термической обработки с увеличением твердости до 67 HRC. Установлено, что после ИПДК, ТО с однократным отпуском и последующим ИА при температуре 550°C, протяженность зоны диффузионного насыщения в 2-2,5 раза больше, чем у образцов без ИПДК, а прирост поверхностной микротвердости составил ~ 1,7 раза, вследствие активной диффузии азота вглубь материала. При этом также увеличилась абразивная износостойкость материала, вследствие формирования на поверхности материала столбчатой структуры из высокоазотистых нитридов ε -фазы, γ' -фазы и легирующего элемента хрома CrN , Cr_2N , которые позволяют упрочненному слою выдерживать большие нагрузки без разрушения.

6. На основе полученных результатов исследований разработаны перспективные технологические процессы ЛИА в плазме ТР повышенной плотности, образуемые ПК или МП, а также с предварительным измельчением структуры материала методами интенсивной пластической деформации, позволяющие получать за один вакуумный цикл на локальных участках деталей машиностроения различной конфигурации, в зависимости от условий эксплуатации, упрочненные диффузионные слои различной протяженностью, структурно-фазовым составом, механическими свойствами и эксплуатационными характеристиками с сокращением длительности процесса диффузионного насыщения в 2-2,5 раза. По всем внедренным на предприятиях результатам диссертационной работы имеются соответствующие акты.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЕ

Публикации в изданиях из Перечня ВАК РФ:

1. Азотирование инструментальной стали Р6М5 в тлеющем разряде в скрещенных электрических и магнитных полях / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин, Ю.Г. Хусаинов // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – №5. – С. 54-59.
2. Рамазанов, К.Н. Ионное азотирование в тлеющем разряде инструментальной стали Х12 в скрещенных электрических и магнитных полях / К.Н. Рамазанов, Р.К. Вафин, Ю.Г. Хусаинов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2014. – №1. – С. 46-49.
3. Исследование влияния локального ионного азотирования с ЭПК на износостойкость поверхности стали 38ХМЮА / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2015. – №6. – С. 33-37
4. Влияние водорода на процесс ионного азотирования аустенитной стали 12Х18Н10Т / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов, Р.С. Есипов, Г.Б. Исяндавлетова // Вестник УГАТУ. – 2017. – №2(76). – С. 24-29.

5. Хусаинов, Ю.Г. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных сталей 13X11H2B2MФ и 12X18H10Г с ультрамелкозернистой структурой / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов, Р.С. Есипов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2017. – №10(154). – С. 459-463.
 6. Исследование влияния ионного азотирования на структуру и механические свойства инструментальной быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД / Л.Р. Шайхутдинова, Э.Ф. Хайретдинов, В.Д. Сигдиков, Ю.Г. Хусаинов, Р.С. Есипов // Вестник УГАТУ. – 2017. – №4(78). – С. 50-56.
 7. Хусаинов, Ю.Г. Определение и прогнозирование температуры нагрева изделия в процессе ионно-плазменного азотирования / Ю.Г. Хусаинов, Д.Р. Лапицкий, Р.С. Есипов // Вестник УГАТУ. – 2018. – №1(79). – С. 29-35.
 8. Хусаинов, Ю.Г. Локальное ионное азотирование конструкционной стали мартенситного класса в плазме тлеющего разряда с полым катодом / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов // Физика и химия обработки материалов. – 2018. – №2. – С. 74-80.
 9. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных высоколегированных сталей аустенитного и мартенситного классов с ультрамелкозернистой структурой / Р.С. Есипов, Р.К. Исламгалиев, Ю.Г. Хусаинов, М.А. Никитина, К.Н. Рамазанов // Вестник УГАТУ. – 2019. – №2(84). – С. 26-32.
 10. Шайхутдинова, Л.Р. Влияние ионного азотирования на структурно-фазовый состав и механические свойства быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД / Л.Р. Шайхутдинова, Э.Ф. Хайретдинов, Ю.Г. Хусаинов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2020. – №4. – С. 22-27.
 11. Ионное азотирование высоколегированных конструкционных сталей с ультрамелкозернистой структурой при различных температурах / Р.С. Есипов, Р.А. Абдуллин, Ю.Г. Хусаинов, А.А. Николаев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2021. – №10. – С. 102-107.
 12. Хусаинов, Ю.Г. Перспективные способы реализации локального ионного азотирования сталей / Ю.Г. Хусаинов // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. – 2022. – Т.20. – №2. – С. 82-90.
 13. Хусаинов, Ю.Г. Исследование структур, фазового состава и механических свойств упрочненного слоя стали аустенитного класса при локальном ионном азотировании с эффектом полого катода / Ю.Г. Хусаинов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2022. – Т.18. – №8 (212). – С. 379-384.
- Публикации в изданиях, входящих в наукометрические базы Web of Science и Scopus:**
1. Local ion nitriding of 38KhMYuA steel with glow discharge in a hollow cathode / V.V. Budilov, K.N. Ramazanov, Y.G. Khusainov, I.V. Zolotov, S.V. Starovoitov // Journal of Engineering Science and Technology Review. – 2015. – 8(Special issue 6). – P. 25-29.
 2. Application of hollow cathode effect for local ion nitriding of machine parts / V.V. Budilov, K.N. Ramazanov, Y.G. Khusainov, I.V. Zolotov, N.S. Babenko // Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol. 652(1). doi:10.1088/1742-6596/652/1/012052
 3. Ramazanov, K. N. Local ion nitriding process with hollow cathode effect computer modelling / K.N. Ramazanov, Y.G. Khusainov, I.V. Zolotov // Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol. 652(1). doi:10.1088/1742-6596/652/1/012054
 4. Khusainov, Y. G. Technology of local ion nitriding of chrome-nickel steel in glow discharge with hollow cathode effect / Y.G. Khusainov, K.N. Ramazanov, V. V. Budilov // International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in a Vacuum (ISDEIV). – 2016. – Vol. 2. WOS:000392206800083
 5. Budilov, V.V. Modelling of local ion nitriding in a glow discharge with hollow cathode / V.V. Budilov, K.N. Ramazanov, Y.G. Khusainov // Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2017. – Vol. 830(1). doi:10.1088/1742-6596/830/1/012073
 6. Influence of hydrogen content in working gas on diffusion processes at ion nitriding of martensitic and austenitic steels / U.G. Khusainov, K.N. Ramazanov, R.D. Agzamov, E.L. Vardanyan, R.S. Esipov // Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2017. – Vol. 872(1). doi:10.1088/1742-6596/872/1/012017
 7. Effect crossed electric and magnetic fields of a glow discharge / R. Vafin, I. Yagafarov, Y. Khusainov, A. Pesin, D. Pustovoytov // Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2017. – Vol. 927(1). doi:10.1088/1742-6596/927/1/012071
 8. Khusainov, U. G. Influence of ultrafine-grained structure of martensitic and austenitic steels on diffusion processes at low-temperature ion nitriding / U.G. Khusainov, K.N. Ramazanov, R.S. Esipov // Defect and Diffusion Forum. – 2018. – 383. – P. 167-172. doi: 10.4028 /www.scientific.net/DDF.383.167
 9. Influence of hydrogen content in working gas on growth kinetics of hardened layer at ion nitriding of 16MnCr5 and A290C1M steels / Y.G. Khusainov, R.S. Esipov, K.N. Ramazanov, E.L. Vardanyan,

P.V. Tarasov, S.R. Shekhtman // Paper presented at the IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 387(1). doi:10.1088/1757-899X/387/1/012034

10. Influence of hydrogen content in working gas on growth kinetics of hardened layer at ion nitriding of steels / Y.G. Khusainov, K.N. Ramazanov, R.D. Agzamov, I.V. Zolotov, R.S. Esipov // 6th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects 2018 (EFRE 2018); Tomsk. Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – 1115 (3). – 032034. doi: 10.1088/1742-6596/1115/3/032034

11. Ion nitriding of martensitic and austenitic steels after SPD at different temperatures / Y.G. Khusainov, K.N. Ramazanov, R.D. Agzamov, I.V. Zolotov, R.S. Esipov // 6th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects 2018 (EFRE 2018); Tomsk. Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – 1115 (3). – 032033. doi: 10.1088/1742-6596/1115/3/032033

12. Ion nitriding effect on the structure and mechanical properties of R6M5 high-speed steel after SPD / K.N. Ramazanov, Y.G. Khusainov, E.F. Khayretdinov, R.S. Esipov // 14th International Conference "Gas Discharge Plasmas and Their Applications". Paper presented at the Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – 1393 (1). – 012120. doi: 10.1088/1742-6596/1393/1/012120

Монографии:

1. Ионное азотирование сталей в тлеющем разряде низкого давления / К.Н. Рамазанов, Р.Д. Агзамов, В.В. Будилов, Р.К. Вафин, Ю.Г. Хусаинов. – М.: «Издательство «Инновационное машиностроение», 2016. – 335 с.

2. Структура и свойства ультрамелкозернистых сталей с ионно-плазменными покрытиями / Р.К. Исламгалиев, К.Н. Рамазанов, М.В. Караваева, А.В. Ганеев, М.А. Никитина, Р.Д. Агзамов, Э.Л. Варданян, Г.Г. Еникеев, И.И. Ягафаров, Ю.Г. Хусаинов. – М.: «Издательство «Инновационное машиностроение», 2017. – 225 с.

Охранные документы:

1. Пат. №2640703 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ локальной обработки стального изделия при ионном азотировании в магнитном поле / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, Р.С. Есипов, И.В. Золотов, Р.Д. Агзамов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - № 2016110289; заявл. 21.03.16; опубл. 11.01.2018; Бюл. № 2 с.: ил.

2. Пат. №2664106 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ низкотемпературного ионного азотирования стальных деталей / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, Р.Д. Агзамов, Р.С. Есипов, А.Ф. Тагиров; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - № 2017100450; заявл. 09.01.17; опубл. 10.07.2018; Бюл. № 19 с.: ил.

3. Пат. №2654161 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ локального ионного азотирования стальных изделий в тлеющем разряде с магнитным полем / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, Г.Б. Исяндавлетова, Р.С. Есипов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - № 2017106406; заявл. 27.02.17; опубл. 16.05.2018; Бюл. № 14 с.: ил.

4. Пат. №2662518 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ создания макронеоднородной структуры на поверхности материалов / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, Р.Д. Агзамов, Р.С. Есипов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - № 2017100460; заявл. 09.01.17; опубл. 26.07.2018; Бюл. № 21 с.: ил.

5. Пат. №2777250 RU, МПК C23C8/36. Установка для ионного азотирования в плазме тлеющего разряда / Р.Ш. Нагимов, А.В. Асылбаев, Э.Л. Варданян, А.Ю. Назаров, Р.А. Абдуллин, Р.С. Есипов, Ю.Г. Хусаинов, А.А. Николаев, А.В. Олейник; патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». - №2021133396; заявл. 17.11.2021; опубл. 01.08.2022; Бюл. №22 с.: ил.

Другие публикации автора по теме диссертации:

1. Рамазанов, К.Н. Исследование физических процессов в плазме тлеющего разряда в условиях проявления эффекта полого катода / К.Н. Рамазанов, И.В. Золотов, Ю.Г. Хусаинов // Вакуумная наука и техника: материалы юбилейной научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. – Москва, 2013. – С. 161-165.

2. Перспективы использования эффекта полого катода при локальном азотировании деталей из стали 16ХЗНВФМБ-Ш / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов // Вестник УГАТУ. – Уфа. – 2014. – №1. – С. 32-36.

3. Будилов, В.В. Локальное ионное азотирование с эффектом полого катода конструкционных сталей 16ХЗНВФМБ-Ш и 38ХМЮА / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов // Вакуумная наука и техника: материалы XXI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. – Москва, 2014. – С. 140-144.

4. Применение эффекта полого катода для локального ионного азотирования конструкционной стали 16ХЗНВФМБ-Ш / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2014. – №12. – С. 27-30.

5. Пат. №2534906 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ локальной обработки материала с эффектом полого катода при ионном азотировании / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.С. Рамазанов, И.В. Золотов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - №2013117842; заявл. 17.04.2013; опубл. 10.12.2014, Бюл. № 34 с.: ил.
6. Пат. №2534697 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ локальной обработки материала с эффектом полого катода при ионном азотировании / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов, И.С. Рамазанов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - №2013116338; заявл. 09.04.2013; опубл. 10.12.2014, Бюл. № 34 с.: ил.
7. Пат. №2534907 RU, МПК⁷ C23C8/36. Способ локальной обработки материала при азотировании в тлеющем разряде / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.С. Рамазанов, И.В. Золотов; патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ». - №2013115736; заявл. 08.04.2013; опубл. 10.12.2014, Бюл. № 34 с.: ил.
8. Диагностика плазмы тлеющего разряда в условиях проявления эффекта полого катода / К.Н. Рамазанов, И.В. Золотов, И.С. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов // Физика низкотемпературной плазмы: материалы всероссийской конференции с международным участием. – Казань, 2014. – С. 247.
9. Применение эффекта полого катода при локальном ионном азотировании деталей машиностроения / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – № 10(3). – С. 109-112.
10. Моделирование процесса локального ионного азотирования с эффектом полого катода на примере детали «зубчатое колесо» / В.В. Будилов, К.Н. Рамазанов, Ю.Г. Хусаинов, И.В. Золотов // Вестник УГАТУ. – 2015. – №2. – С. 1-6.
11. Хусаинов, Ю.Г. Перспективы использования ионного азотирования с эффектом полого катода для упрочнения рабочих пар скважинных насосов / Ю.Г. Хусаинов, И.С. Копейкин, А.Е. Тихонов // Нефтегазовое дело. – 2015. – №1. – С. 137-140.
12. Хусаинов, Ю.Г. Влияние содержания водорода в рабочей газовой среде на диффузионные процессы при ионном азотировании мартенситной и аустенитной сталей / Ю.Г. Хусаинов, К.Н. Рамазанов, Р.С. Есипов // IX Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТЕСТМАТ». – Москва, 2017. – С. 5.
13. Хусаинов, Ю.Г. Прогнозирование и определение температуры детали в процессе ИПА / Ю.Г. Хусаинов, Д.Р. Лапицкий, Р.С. Есипов // Инновационные технологии в машиностроении: сборник трудов IX Международной научно-практической конференции. – Юрга, 2018. – С. 122-129.
14. Хусаинов, Ю.Г. Влияние ультрамелкозернистой структуры мартенситной и аустенитной сталей на диффузионные процессы при низкотемпературном ионном азотировании / Ю.Г. Хусаинов, Р.С. Есипов // Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов: материалы XXIV Уральской школы металловедов-термистов. – Магнитогорск, 2018. – С. 152-154.
15. Шайхутдинова, Л.Р. Исследование структуры и механических свойств быстрорежущей инструментальной стали Р6М5 после ИПД и ионного азотирования / Л.Р. Шайхутдинова, Э.Ф. Хайретдинов, Ю.Г. Хусаинов // Современные твердофазные технологии: теория, практика и инновационный менеджмент: материалы XI Международной научно-инновационной молодежной конференции. – Тамбов, 2019. – С. 230-232.
16. Есипов, Р.С. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных сталей с ультрамелкозернистой структурой / Р.С. Есипов, А.А. Николаев, Ю.Г. Хусаинов // Быстрозакаленные материалы и покрытия: материалы XVII Международной научно-технической конференции. – Москва, 2020. – С. 162-165.
17. Есипов, Р.С. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных сталей с ультрамелкозернистой структурой / Р.С. Есипов, Ю.Г. Хусаинов, А.А. Николаев // Физическая мезомеханика. Материалы с многоуровневой иерархически организованной структурой и интеллектуальные производственные технологии: материалы Международной конференции, посвященной 90-летию со дня рождения основателя и первого директора ИФПМ СО РАН академика Виктора Евгеньевича Панина. – Томск, 2020. – С. 467-468.
18. Пат. №2766388 RU, МПК C23C8/38. Способ обработки поверхности на стальных деталях / Р.С. Есипов, Ю.Г. Хусаинов, А.А. Васильев, Е.А. Тяпунова, Р.А. Абдуллин, А.А. Николаев; патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». - №2021109118; заявл. 02.04.2021; опубл. 15.03.2022, Бюл. №8 с.: ил.