

УДК 621.785.532

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5 ПОСЛЕ ИПД

Л. Р. Шайхутдинова¹, Э. Ф. Хайретдинов², В. Д. Ситдинов³,
Ю. Г. Хусаинов⁴, Р. С. Есипов⁵

¹Larisa.sh.0821@gmail.com, ²ernstrabota@mail.ru, ³svil@ugatu.su, ⁴uldash990@mail.ru, ⁵esromles@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 24.06.2017

Аннотация. Исследовано влияние ионного азотирования в тлеющем разряде на структуру и механические свойства стали Р6М5, полученной методом традиционной горячей термомеханической обработки после закалки с 1220°C и 3-кратного отпуска 560°C, а также после закалки с 1200°C и однократного отпуска при 560°C с предварительной интенсивной пластической деформацией (ИПД). Установлено, что в результате ионного азотирования наблюдается значительный прирост поверхностной микротвердости материала в ~1,7 раза после ИПД и в ~2 раза для образца без ИПД в области строчечности карбидно-нитридных включений. Доказано, что распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны у образца после ИПД более плавное, а толщина диффузионного слоя превосходит в ~2 раза.

Ключевые слова: ионное азотирование; тлеющий разряд; инструментальная сталь; быстрорежущая сталь; Р6М5; интенсивная пластическая деформация.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что с появлением новых труднообрабатываемых материалов проблема повышения стойкости режущего и штампового инструмента становится все более актуальной [1]. Одним из основных недостатков инструментальной стали Р6М5 в состоянии поставки в виде горячекатаных прутков, которые широко используются для изготовления штампового и холодновысодочного инструмента, является наличие строчечности вдоль оси проката (более интенсивно в центре и менее по периферии) и неравномерное распределение карбидов по сечению проката [2].

Для повышения эксплуатационных свойств металлических материалов и их структурной однородности в последние годы все чаще используют методы интенсивной пластической деформации (ИПД) [3]. Проблема повышения твердости и износостойкости

поверхностного слоя инструмента на сегодняшний день по-прежнему решается различными методами химико-термической обработки [4, 5].

Среди всего многообразия методов упрочнения поверхности можно выделить ионное азотирование в плазме тлеющего разряда, которая по сравнению с традиционным позволяет добиться ряда важных преимуществ, таких как высокая скорость насыщения; получение диффузионных слоев заданного фазового состава и строения; высокий класс чистоты поверхности; возможность азотирования пассивирующихся материалов без дополнительной депассивирующей обработки; большая экономичность процесса за счет увеличения коэффициента использования электроэнергии и сокращения расхода насыщающих газов; экологическая чистота процесса [4].

Целью данной работы является исследование влияния процесса ионного азотирова-

ния в тлеющем разряде на структуру и механические свойства поверхностного слоя стали Р6М5 после ИПД.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты по влиянию ионного азотирования на структурно-фазовый состав и механические свойства инструментальной быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД проводились на модернизированной установке ЭЛУ-5, предназначенной для проведения процессов термической и химико-термической обработки в вакууме (рис. 1).

Для исследования был изготовлен образец из стали Р6М5 диаметром 20 мм и толщиной 2,2 мм. Образец подвергался осадке в холодном состоянии на 43% и кручению на 1,5 оборота при величине гидростатического давления 4 ГПа. Данное условие выбрано из возможности формирования очага деформации в образце в зависимости от величины скручивающего момента МСК, который должен превышать сопротивление сил контактного трения, т.е. $МСК > МТР$. Последующая термическая обработка материала состояла из закалки с 1200°C и однократного высокого отпуска при 560°C.

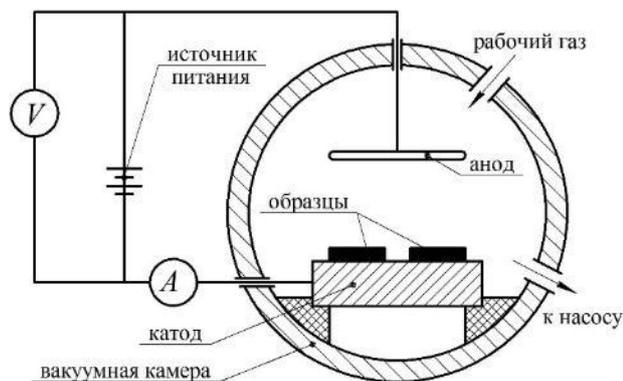


Рис. 1. Принципиальная схема процесса ионного азотирования на установке ЭЛУ-5

Перед азотированием образцы проходили ионную очистку в течение 10 мин при давлении $P=10$ Па в среде аргона Ar, температура поверхности при этом не превышала $T=250^\circ\text{C}$. Непосредственно процесс диффузионного насыщения проходил в смеси азота N_2 , аргона Ar и водорода H_2 . Водород добавлялся с целью депассивации кислорода

на поверхности образцов. Азотирование проводилось при температуре $T=550\pm 10^\circ\text{C}$ в течение $t=6$ ч и давлении в рабочей камере $P=150\pm 5$ Па.

Замеры микротвердости по глубине диффузионной зоны выполнялись на микротвердомере *Struers Duramin-1/-2*. Величина статической нагрузки, приложенной к алмазному индентору в течение 10 с, составляла 980,7 мН (100 г).

Исследование микроструктуры образцов проводилось с помощью растрового электронного микроскопа *JEOL-2100*. Для выявления структуры стали проводили травление шлифа в растворе 5% HNO_3 и 95% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Рентгеноструктурные исследования проводились на рентгеновском дифрактометре *Shimadzu XRD 6000* с фокусировкой гониометра по Бреггу – Брентано с неподвижной рентгеновской трубкой и вращающимся образцом. Весь контроль за работой оборудования, включая проведение измерения, осуществлялся с помощью компьютера.

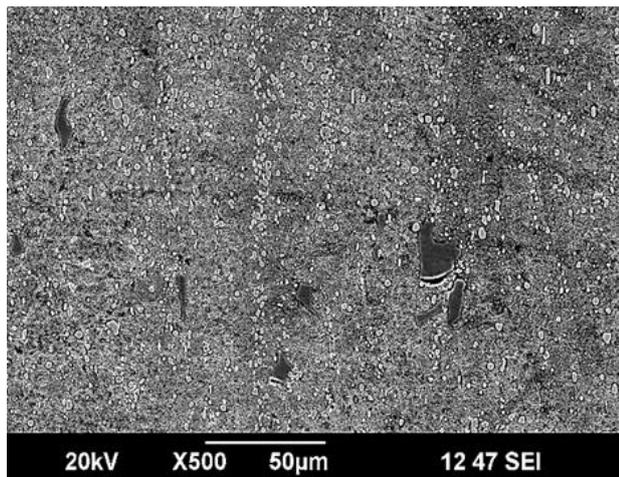
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 представлена исходная структура инструментальной стали Р6М5, полученная методом традиционной горячей термомеханической обработки после закалки с 1220°C и 3-кратного отпуска 560°C.

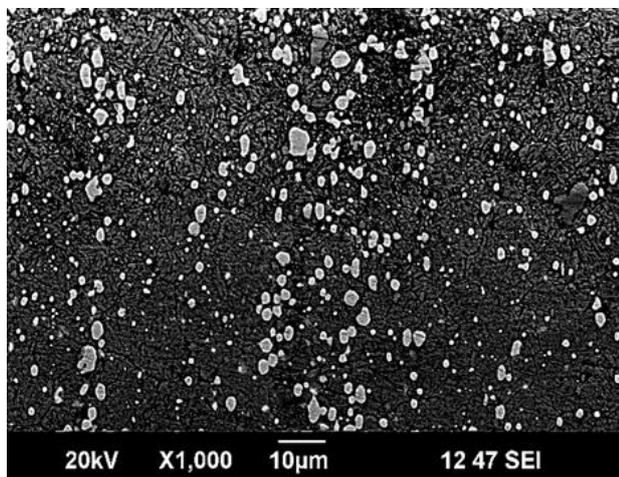
В результате закалки и последующего трехкратного отпуска при температуре 560°C с выдержкой 10 мин происходит превращение остаточного аустенита в пересыщенный углеродом и легирующими компонентами мартенсит, а также выделение нерастворимых карбидов, которое приводит к увеличению твердости. Светлые поля, представляющие собой остаточный аустенит, практически отсутствуют. Твердость с поверхности образца составила 63...65 HRC.

Анализ фотографии исходной структуры материала (рис. 2) показал, что в продольном направлении вдоль оси деформации наблюдается наличие грубых строк и карбидной полосчатости. В структуре присутствуют включения как крупных, так и средних и мелких карбидов. Подобная ориентация карбидных фаз вдоль оси деформации

приводит к анизотропии объемных изменений при закалке и возрастанию уровня термических напряжений, вызванных явлением фазового наклепа. Соответственно структурная неоднородность влияет на эксплуатационные свойства инструмента, например теплостойкость и износостойкость. Поэтому структурная однородность является важной характеристикой инструментальных сталей [6].



a



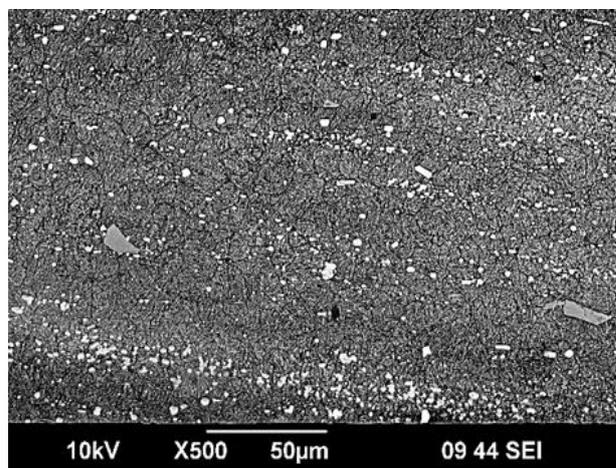
б

Рис. 2. Фотография исходной структуры стали Р6М5 после закалки с 1220°C и 3-кратного отпуска 560°C:
a – $\times 500$; *б* – $\times 1000$

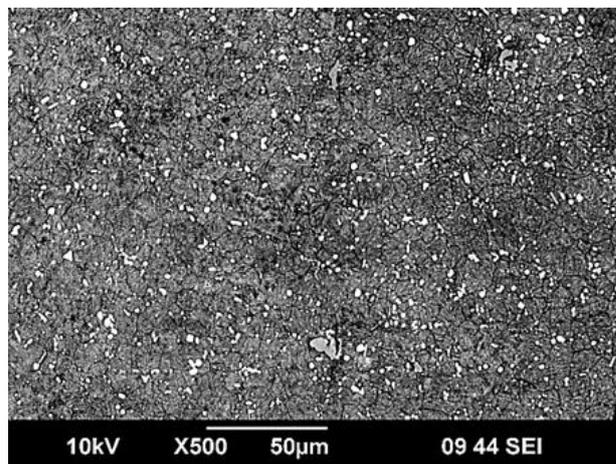
На рис. 3 представлена исходная структура инструментальной стали Р6М5, полученная методом горячей термомеханической обработки и последующей интенсивной пластической деформации. Термическая обработка образцов представляла

закалку с 1200°C и однократный отпуск при 560°C.

Анализ структурного состояния полученных образцов показал, что при кручении в 1,5 оборота на периферии (рис. 3, *a*) наблюдается ориентация карбидных включений в тангенциальном направлении, вызванная сдвиговыми деформациями при вращении образца. В центральной зоне (рис. 3, *б*) на расстоянии $0,1R$ наблюдается более равномерное распределение карбидов, также отсутствует строчечность и полосчатость. Твердость с поверхности образца составила 67 HRC.



a



б

Рис. 3. Фотография исходной структуры стали Р6М5 после ИПД и последующей закалки с 1200°C и однократного отпуска при 560°C: *a* – на периферии; *б* – в центральной зоне

Детальный анализ структуры стали после ИПД в центральной зоне образца (рис. 4) показал, что карбидные включения

в материале преимущественно распределены по границам зерен. При этом наблюдается частичное дробление крупных карбидов. Средний размер карбидов составил около 1,5 мкм.

Образцы прошедшие предварительную обработку подвергались ионному азотированию при температуре $T=550\pm 10^\circ\text{C}$.

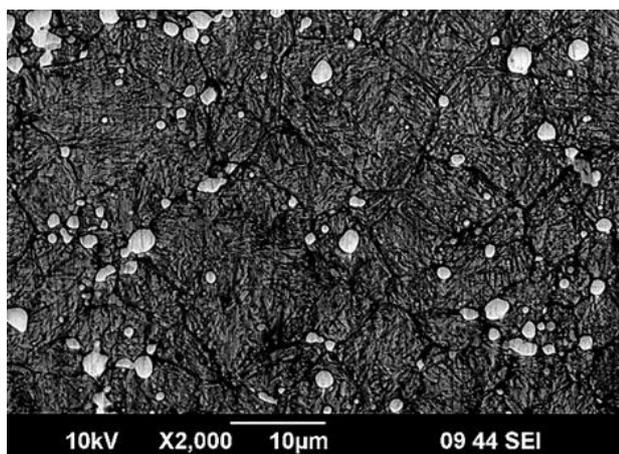


Рис. 4. Структура стали Р6М5 после ИПД в центральной зоне образца

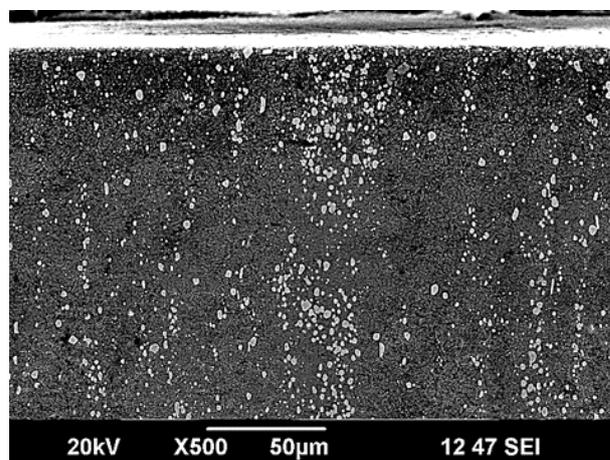
Исследование микроструктуры модифицированного слоя проводили также методом растровой электронной микроскопии. На рис. 5 приведены фотографии микроструктуры поверхностного слоя образца из стали Р6М5 после ионного азотирования в тлеющем разряде в течение 6 ч.

Анализ структуры образцов, прошедших ионное азотирование в тлеющем разряде, показывает наличие темной (сильно травящейся) диффузионной зоны, представляющей собой α -фазу – азотистый феррит с ОЦК решеткой, период которой меняется в зависимости от содержания азота [4]. Нитридные выделения на фотографиях, так же как и нитридный слой, отсутствуют. Переход от азотированного слоя к основе (матрице) материала плавный, что является одним из основных требований к микроструктуре азотированной стали (рис. 5).

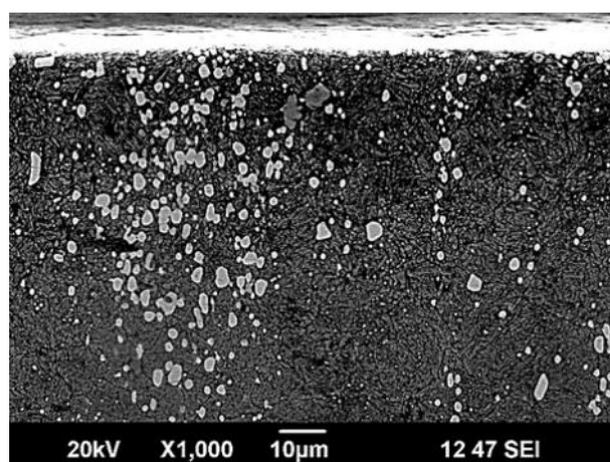
На рис. 6 приведены фотографии микроструктуры образца из стали Р6М5 после ИПД и последующего ионного азотирования в тлеющем разряде в течение 6 ч.

Анализ структуры образцов после ИПД, прошедших ионное азотирование в тлеющем разряде, показал более развитую тем-

ную диффузионную зону, по сравнению с образцами без ИПД. Переход от азотированного слоя к основе материала также плавный (рис. 6).



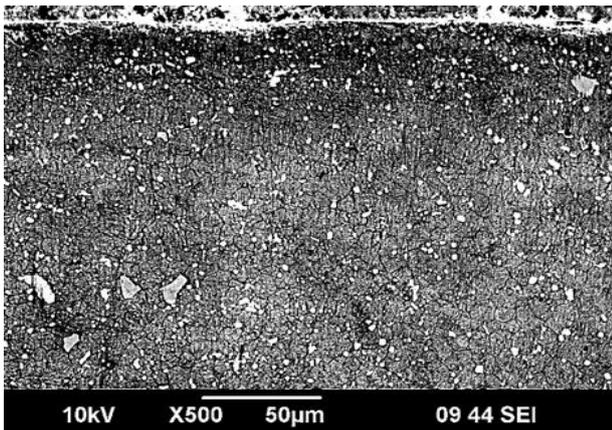
a



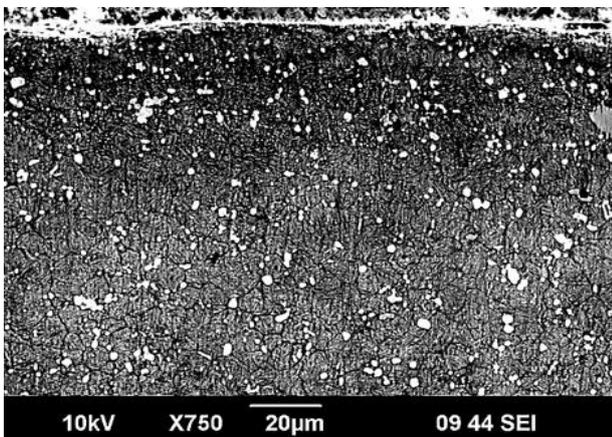
б

Рис. 5. Структура азотированного слоя стали Р6М5 после ионного азотирования в тлеющем разряде ($T=550^\circ\text{C}$, $P=150$ Па, $t=6$ ч, $U=500$ В):
a – $\times 500$; *б* – $\times 1000$

В процессе ионного азотирования происходит диффузионное насыщение поверхностных слоев материала азотом под действием градиента концентрации. Растворение азота в твердом растворе вызывает упругие искажения его решетки, что обуславливает повышенную твердость азотированного слоя. При этом твердость увеличивается, если содержание азота в твердом растворе растет. Измерения микротвердости по глубине диффузионной зоны проводили на поперечном шлифе образцов. Результаты измерений приведены на рис. 7.



a



б

Рис. 6. Структура азотированного слоя стали Р6М5 после ИПД и последующего ионного азотирования ($T=550^{\circ}\text{C}$, $P=150$ Па, $t=6$ ч, $U=500$ В):
 $a - \times 500$; $б - \times 750$

Анализ результатов измерения микротвердости показал, что у образца после ИПД и последующего ионного азотирования прирост поверхностной микротвердости составил $\sim 1,7$ раза, а у образца без ИПД ~ 2 раза. Такое увеличение микротвердости обусловлено формированием в приповерхностном слое нитридных фаз с высоким содержанием азота [4]. Высокое содержание азота в приповерхностных слоях обусловлена низким коэффициентом диффузии азота в стали, не прошедшей ИПД.

Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны у образца после ИПД более плавное (рис. 7), что связано с появлением в структуре материала дефектов кристаллической решетки в результате пластической деформации, и как следствие бо-

лее благоприятными условиями для диффузии азота вглубь материала. Толщина диффузионного слоя у образца после ИПД в ~ 2 раза превосходит толщину диффузионного слоя образца без предварительной ИПД. Из графиков видно, что ионное азотирование при заданной температуре не приводит к снижению механических свойств основного материала.

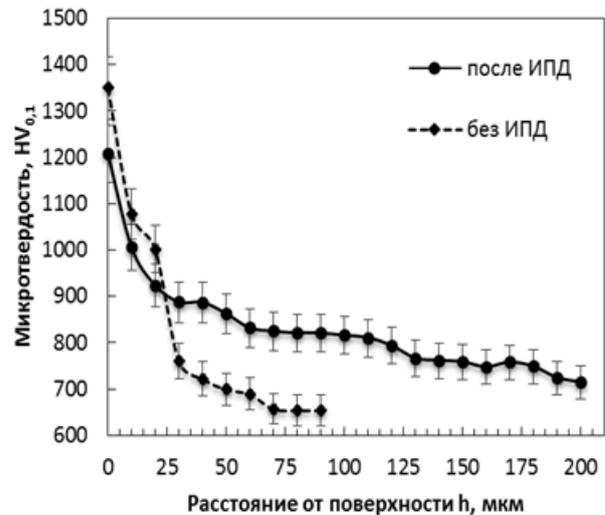
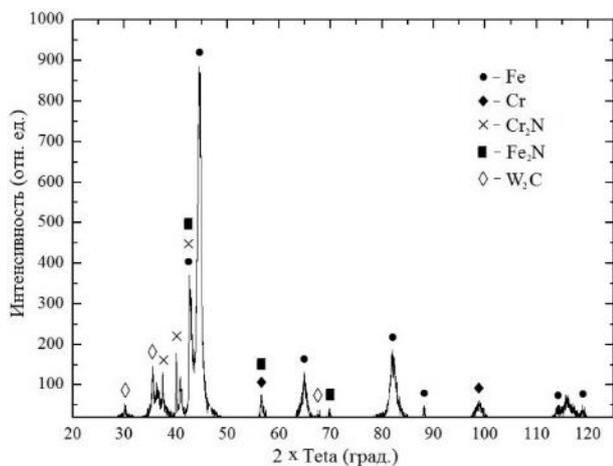


Рис. 7. Зависимость изменения микротвердости по глубине диффузионной зоны стали Р6М5 после ИПД и без нее

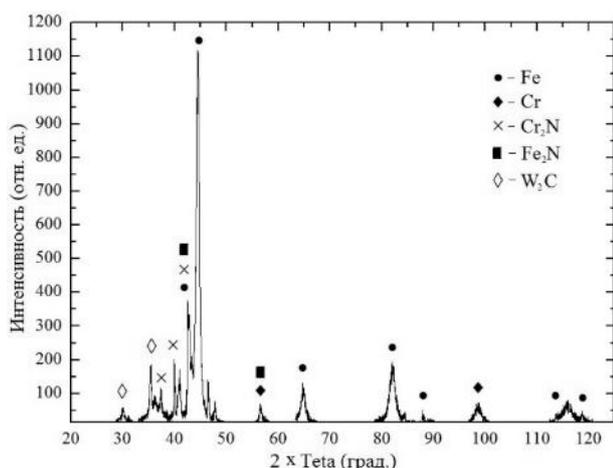
Для определения фазового состава, формирующегося на поверхности исследуемой стали Р6М5 после азотирования, было проведено рентгенофазовое исследование поверхностей образцов. На рис. 8 представлены полученные дифрактограммы с поверхности образцов из стали Р6М5 после азотирования в различном состоянии.

Анализ полученных дифрактограмм показал, что на поверхности стали Р6М5 после ионного азотирования происходит формирование нитридных фаз различного состава (Fe_2N , Cr_2N). Интенсивность пиков нитридных фаз практически не зависит от структурного состояния стали. Однако, на стали Р6М5, предварительно прошедшей ИПД, не наблюдается пиков фаз карбида вольфрама W_2C и нитрида железа Fe_2N в области угла 70° . Отсутствие рефлексов W_2C , по видимому, связано с измельчением карбидов после ИПД, что подтверждается полученными данными с растрового электронного микроскопа (рис. 6). Отсутствие пиков

Fe_2N обусловлено низкой концентрацией азота в приповерхностном слое стали. Повышенный коэффициент диффузии приводит к оттоку азота от поверхности вглубь материала образца.



a



б

Рис. 8. Дифрактограммы с поверхности образцов из стали Р6М5 после ионного азотирования:
a – исходный образец; *б* – после ИПД

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследования влияния процесса ионного азотирования на структуру и механические свойства инструментальной стали Р6М5 установлено, что:

1. У образца после предварительной ИПД на периферии наблюдается ориентация карбидных включений в тангенциальном направлении, а в центральной зоне наблюдается более равномерное распределение карбидов, также отсутствует строчечность и полосчатость.

2. В центральной зоне ориентация карбидных включений в материале преимущественно по границам зерен, при этом наблюдается частичное дробление крупных карбидов.

3. После ионного азотирования в тлеющем разряде у образца после предварительной ИПД наблюдается более развитая темная диффузионная зона.

4. В результате ионного азотирования в тлеющем разряде наблюдается значительный прирост поверхностной микротвердости материала, так для образца после ИПД прирост составил $\sim 1,7$ раза, а для образца без ИПД ~ 2 раза.

5. Распределение микротвердости по глубине диффузионной зоны у образца после ИПД более плавное, а толщина диффузионного слоя у образца после ИПД в ~ 2 раза превосходит толщину диффузионного слоя образца без предварительной ИПД.

6. После ионного азотирования происходит формирование нитридных фаз различного состава (Fe_2N , Cr_2N). Интенсивность пиков нитридных фаз практически не зависит от структурного состояния стали.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Хван А. Д., Панин П. М.** Повышение стойкости стали Р6М5 // Вестник ВГТУ. 2011. Т. 7. № 11–2. С. 122–124. [A. D. Hvan, P. M. Panin, "Increase of resistance of steel Р6М5," (in Russian), in *Vestnik VGTU*, vol. 7, no. 11-2, pp. 122-124, 2011.]
2. **Формирование структуры** и свойств в инструментальной быстрорежущей стали методом холодной интенсивной деформации и последующей термической обработкой / Э. Ф. Хайретдинов [и др.] // *Material Physics and Mechanics*. 2016. Т. 27. № 2. С. 205–214. [E. F. Khairetdinov, et. al., "Formation of the structure and properties of a high speed steel tool by severe plastic deformation and subsequent heat treatment," (in Russian), in *Material Physics and Mechanics*, vol. 27, no. 2, pp. 205-214, 2016.]
3. **Хван А. Д.** Повышение стойкости стали Р6М5 пластической деформацией в неизотермическом режиме // *Заготовительные производства в машиностроении*. 2011. № 11. С. 21–23. [A. D. Hvan, "Increasing of steel R6M5 durability by plastic deformation in anisothermic regime," (in Russian), in *Blank production in mechanical engineering*, no. 11, pp. 21-23, 2011.]
4. **Азотирование инструментальной** стали Р6М5 в тлеющем разряде в скрещенных электрических и магнитных полях / В. В. Будилов [и др.] // *Физика и химия обработки материалов*. 2013. № 6. С. 54–59. [V. V. Budilov, et. al., "Nitriding of the W-Mo high-speed steel in a glow discharge in crossed electric and magnetic fields," (in Russian), in *Physics and Chemistry of Material Processing*, no. 6, pp. 54-59, 2013.]

5. Рамазанов К. Н., Будилов В. В., Вафин Р. К. Азотирование быстрорежущей стали P6M5 в тлеющем разряде с наложением магнитного поля // Упрочняющие технологии и покрытия. 2010. № 5. С. 39–42. [K. N. Ramazanov, V. V. Budilov, R. K. Vafin, "Nitriding high-speed steel P6M5 in the glow discharge using of magnetic field," (in Russian), in *Strengthening Technologies and Coatings*, no. 5, pp. 39-42, 2010.]

6. Геллер Ю. А. Инструментальные стали. М.: Металлургия, 1983. 527 с. [Yu. A. Geller, "Tool steels," (in Russian). Moscow: Metallurgiya, 1983.]

ОБ АВТОРАХ

ШАЙХУТДИНОВА Лариса Рафиевна, студент ИАТМ каф. МиФМ. Иссл. влияния ИГД на формирование структуры и физико-механических свойств инструментальных быстрорежущих сталей.

ХАЙРЕТДИНОВ Эрнст Фасхиевич, доц. каф. МиФМ. Дипл. инженер-механик (УГАТУ, 1962). Канд. техн. наук по спец. «Технология машиностроения» (1967). Иссл. износостойкости инструментов ОМД.

СИТДИКОВ Виль Даянович, доц. каф. физики. Дипл. физик (БГПУ, 2002). Канд. физ.-мат. наук по спец. «Физика конденсированного состояния» (2011). Иссл. в области РСА объемных нанокристаллических материалов.

ХУСАИНОВ Юлдаш Гамирович, доц. каф. технол. машиностроения. Дипл. инженер-технолог (УГАТУ, 2012). Канд. техн. наук по спец. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (2015). Иссл. структурно-фазовые превращения и свойства поверхностных слоев сталей при ионном азотировании в тлеющем разряде.

ЕСИПОВ Роман Сергеевич, магистр ИАТМ каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавр по направлению маш-ие (УГАТУ, 2016). Иссл. в обл. низкотемпературного ионного азотирования сталей с ультрамелкозернистой структурой в водородсодержащей плазме тлеющего разряда

METADATA

Title: Investigation of the influence of ionic nitrogen on the structure and mechanical properties of the instrumental quick-steppe steel R6M5 after the SPD.

Authors: L. R. Shaihtudinova¹, E. F. Hairetdinov², V. D. Sitdikov³, Yu. G. Khusainov⁴, R. S. Esipov⁵

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹Larisa.sh.0821@gmail.com, ²ernstrabota@mail.ru, ³svil@ugatu.su, ⁴uldash990@mail.ru, ⁵esromles@mail.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 21, no. 4 (78), pp. 50-56, 2017. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The effect of ion nitriding in a glow discharge on the structure and mechanical properties of P6M5 steel obtained by the method of traditional hot thermomechanical treatment after quenching from 1220°C and 3 times tempering 560°C, and also after quenching from 1200°C and single tempering at 560°C C with a preliminary intense plastic deformation (IPD). It has been established that after ion nitriding, a more developed dark, strongly etching diffusion zone is observed in the sample after IPD. It was also found that as a result of ion nitriding, a significant increase in the surface microhardness of the material is observed ~ 1.7 times after the IPD, and ~ 2 times for the sample without IPD in the streakiness region of carbide-nitride inclusions. It is proved that the microhardness distribution over the depth of the diffusion zone in the sample after the IPD is smoother, and the thickness of the diffusion layer exceeds ~ 2 times.

Key words: Ion nitriding; glow discharge; tool steel; high-speed steel; P6M5; Intensive plastic deformation.

About authors:

SHAIHTUDINOVA, Larisa Rafilevna, student dept. of MiFM. Investigation of the impact of IPD on the formation of the structure and physico-mechanical properties of tool-cutting high-speed steels

HAIRETDINOV, Ernst Fashievich, Senior Prof., Dept. of MiFM. Dipl. Mechanical engineer (USATU, 1962). Cand. of Tech. Sci (1967).

SITDIKOV, Vil' Dayanovich, Senior Prof., Dept. of Physics. Dipl. physicist (BGPU, 2002). Cand. of Tech. Sci (2011).

KHUSAINOV, Yuldash Gamirovich, Senior Prof., Dept. of Mechanical engineering. Dipl. Process engineer (Ufa State Aviation Technical Univ., 2012). Cand. of Tech. Sci. (MGTU, 2015).

ESIPOV, Roman Sergeevich, Mast. Student, Dept. of Mechanical engineering. Bachelor of Mechanical engineering (UGATU, 2016).