

**COMPARATIVE ANALYSIS OF ELECTROLYTIC PLASMA NITRIDING
AND ION NITRIDING OF R6M5 HIGH-SPEED STEEL***Ivan Dmitrievich Sklizkov ^a, Ruslan Karimovich Vafin*

Ufa University of Science and Technology, 32 Zaki Validi st., 450076 Ufa, Republic of Bashkortostan, Russia

^a Sklizkovivan99@gmail.com

ABSTRACT

The article examines the influence of surface hardening methods – electrolytic plasma nitriding (EPA) and ion nitriding (IA) on the properties and structure of samples made of high-speed tool steel P6M5 with preliminary plastic deformation by asymmetric rolling. The processing time, the depth of the nitrided layer and the surface microhardness were compared. Experimental methodology: conducting electrochemical oxidation in an electrolyte based on ammonium chloride and ammonia (10% NH₄Cl + 5% NH₃) and conducting ionizing radiation in a glow discharge. The study included measuring Vickers microhardness. The study methods included EPN in an electrolyte based on ammonium chloride and ammonia (10% NH₄Cl + 5% NH₃) and ion nitriding in a glow discharge; and Vickers microhardness measurements.

KEYWORDS

Electrolytic plasma nitriding; ion nitriding; high-speed steel; microhardness; severe plastic deformation; roughness.

**СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО И ИОННОГО
АЗОТИРОВАНИЯ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5***Иван Дмитриевич Склизков ^a, Руслан Каримович Вафин*

Уфимский университет науки и технологий, Россия, Республика Башкортостан, 450076 Уфа, ул. Заки Валиди, 32

^a Sklizkovivan99@gmail.com

АННОТАЦИЯ

В статье исследуется влияние методов поверхностного упрочнения – электролитно-плазменное азотирование (ЭПА) и ионное азотирование (ИА) на свойства и структуру образцов из инструментальной быстрорежущей стали Р6М5 с предварительной пластической деформацией асимметричным прокатом. Сравнивались время обработки, глубина азотированного слоя и микротвердость поверхности. Методика эксперимента: проведение ЭПА

в электролите на основе хлорида аммония и аммиака – 10% NH_4Cl + 5% NH_3 и проведение ИА в тлеющем разряде. Исследования включали в себя измерение микротвердости по Виккерсу.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Электролитно-плазменное азотирование; ионное азотирование; быстрорежущая сталь; микротвердость; интенсивная пластическая деформация; шероховатость.

Введение

Быстрорежущая сталь Р6М5 (аналог HSS M2) остается ключевым материалом для изготовления режущего инструмента, работающего в условиях экстремальных механических и термических нагрузок. Ее высокая твердость (до 67–70 HRC), износостойкость и красностойкость (до 600–650 °С) обеспечивают эффективность обработки твердых сплавов. Однако растущие требования к ресурсу инструмента диктуют необходимость совершенствования методов поверхностного упрочнения, сочетающих высокую производительность и энергоэффективность [1–3]. В этом контексте азотирование, как процесс насыщения поверхности азотом с формированием износостойких нитридных слоев, приобретает особую актуальность.

Традиционные методы, такие как ионное азотирование (ИА), доказали свою эффективность для инструментальных сталей, обеспечивая формирование слоев толщиной до 200 мкм с повышенной твердостью (1000–1300 HV). Однако процесс ИА требует вакуумных установок, длительного времени обработки (4–8 часов) и сложен для локального упрочнения деталей сложной геометрии. [4, 5] В качестве альтернативы активно

исследуется электролитно-плазменное азотирование (ЭПА) – метод, сочетающий преимущества плазменных и электрохимических технологий. ЭПА реализуется в жидкой среде – электролите, что исключает необходимость вакуума, сокращает время обработки до 5–20 минут и позволяет локально модифицировать поверхность [6–8].

Актуальность исследования обусловлена необходимостью поиска методов, сочетающих высокую скорость обработки и улучшенные эксплуатационные свойства. Одним из перспективных подходов является комбинирование интенсивной пластической деформации (ИПД) с последующим азотированием. В данной работе образцы стали Р6М5 были подвергнуты предварительной ИПД методом асимметричного проката, что позволило создать ультрамелкозернистую поверхность с повышенной плотностью дислокаций. Как показали исследования, такая предобработка ускоряет диффузию азота и способствует формированию более однородного упрочненного слоя [9–13].

1. Методы исследования

В качестве исследуемого материала была выбрана инструментальная быстрорежущая сталь Р6М5 (табл. 1).

Таблица 1. Химический состав стали Р6М5

Table 1. Chemical composition of steel Р6М5

Элемент / Element	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mb	W	V	Co	Cu
Массовая доля, %/ Mass fraction, %	0,82–0,9	0,2–0,5	0,2–0,5	<0,6	<0,025	0,03	3,8–4,4	4,8–5,3	5,5–6,5	1,7–2,1	<0,5	<0,25

Для сравнения результатов исследования влияния интенсивной пластической деформации стали на характеристики упрочненного слоя после ионного азотирования и после электролитно-плазменного азотирования на поверхности образцов предварительно была создана ультрамелкозернистая структура при помощи асимметричного проката. Для проведения интенсивной пластической деформации образцы, имеющие форму пластин с размерами $3,15 \times 25 \times 100$ мм были подвергнуты горячему асимметричному прокату на реверсивном стане ДУО 400 листовой прокатки с индивидуальным приводом рабочих валков лаборатории «Механика градиентных наноматериалов им. А.П. Жилиева» ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова».

Схема процесса асимметричной прокатки представлена на рис. 1. Во всех вариантах прокатки нижний рабочий валок обладал большей скоростью вращения, в то время как верхний валок имел меньшую

скорость вращения. Диапазоны изменяемых параметров процесса включали температуру нагрева заготовки в диапазоне от 400 до 1100 °С, суммарное обжатие в пределах от 47,6% до 68,3%, количество проходов от 1 до 5, и коэффициент асимметрии или коэффициент рассогласования скоростей рабочих валков в диапазоне от 1,25 до 3,33. Прокатка осуществлялась без применения смазки на сухих валках.

Наиболее высокое значение микротвердости HV было достигнуто в опытных образцах после асимметричной прокатки при температуре 1100 °С (при многопроходной прокатке со суммарным обжатием в диапазоне 68,3%, за 3...5 проходов и с коэффициентом рассогласования скоростей рабочих валков в диапазоне 1,25...2,00). Значение микротвердости HV в центральных слоях повысилось в 3,4 раза по сравнению с исходным (недеформированным) состоянием.

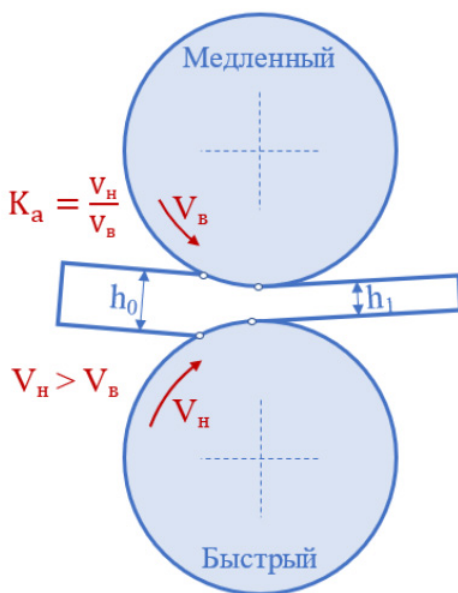


Рис. 1. Схема асимметричной прокатки:

K_a – коэффициент асимметрии или коэффициент рассогласования скоростей рабочих валков;
 $V_н$ – скорость нижнего валка; $V_в$ – скорость верхнего валка

Fig. 1. Asymmetric rolling diagram:

K_a – asymmetry coefficient or coefficient of mismatch of working roll speeds;
 $V_н$ – speed of the lower roll; $V_в$ – speed of the upper roll

В контексте рассматриваемого вопроса, для проведения исследовательского эксперимента, были отобраны образцы, прошедшие процесс асимметричного проката и обладающие наилучшими характеристиками, такими как повышенная микротвердость и отсутствие повреждений.

Процесс ионного азотирования проводился в модернизированной вакуумной установке ЭЛУ-5М, предназначенной для проведения термической и химико-термической обработок (рис. 2).

Процесс электролитно-плазменного азотирования проводился в ванне с электролитом $10\% \text{NH}_4\text{Cl} + 5\% \text{NH}_3$ (рис. 3).

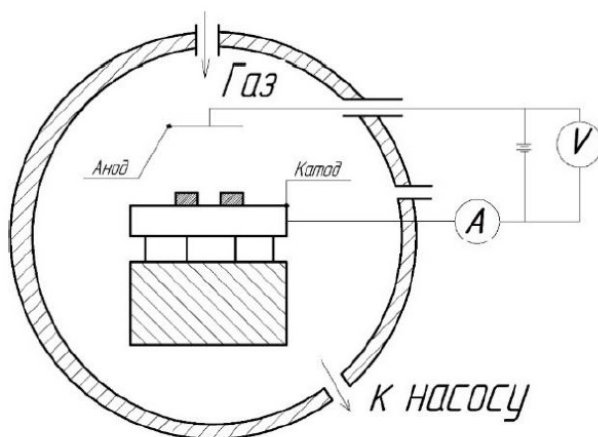


Рис. 2. Схема ионного азотирования на установке ЭЛУ-5М

Fig. 2. Scheme of ion nitriding on the ELU-5M installation

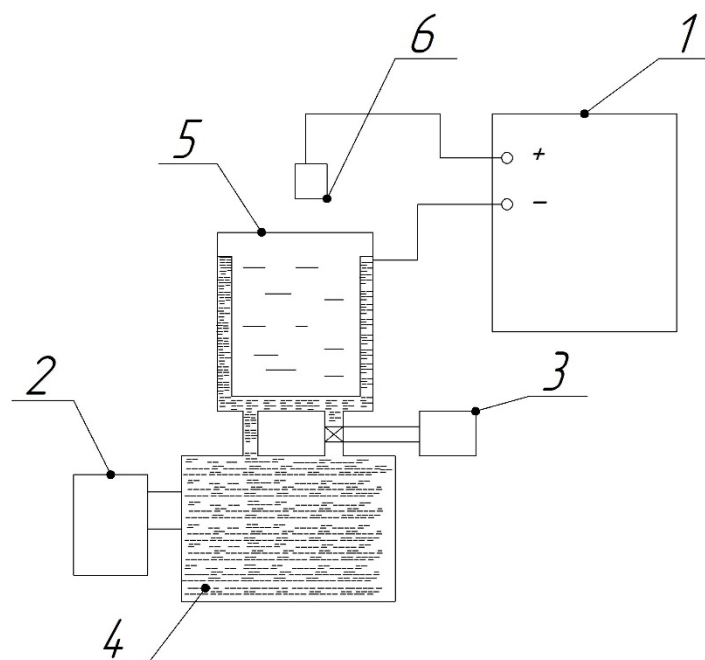


Рис. 3. Схема электролитно-плазменного азотирования:

1 – источник питания; 2 – охлаждающая установка; 3 – насос; 4 – теплообменник; 5 – ванна; 6 – образец

Fig. 3. Electrolytic plasma nitriding scheme:

1 – power source; 2 – cooling unit; 3 – pump; 4 – heat exchanger; 5 – bath; 6 – sample

В данном исследовании было проведено измерение микротвердости и определение глубины упрочненного слоя на образцах после процессов азотирования. Для этого использовался автоматический микро-макро твердомер с системой анализа изображений EMCO-Test DuraScan 50. Данный прибор обеспечивает возможность точного измерения микротвердости материала. Измерения проводилась при нагрузке HV0.1 на 2 образцах после каждого процесса азотирования.

2. Результаты и обсуждения

В ходе исследования было получено распределение микротвердости упрочненного слоя по глубине, для образцов из инструментальной быстрорежущей стали Р6М5 с предварительной интенсивной пластической деформацией асимметричным прокатом после ионного азотирования и после электролитно-плазменного азотирования (рис. 4).

Ионное азотирование: обработка образцов проводилась в течение 3 часов при температуре 500 °С. В результате был сформи-

рован азотированный слой с максимальной микротвердостью поверхности ≈ 1350 HV. Глубина диффузионного слоя, обогащенного азотом, составила 120 мкм, что подтверждается резким падением микротвердости на данной глубине до значений, характерных для деформированного состояния.

Характерной особенностью полученного профиля микротвердости является ее снижение до значений исходной стали после ИПД на глубине ~ 120 мкм с последующим аномальным возрастанием, наблюдаемым на глубине примерно 300 мкм. Поскольку глубина диффузии азота при данных режимах не превышает 120–150 мкм, данный эффект не может быть связан с азотированием. Он является прямым следствием неоднородной деформационной структуры, созданной в объеме материала асимметричным прокатом. Вероятно, на этой глубине расположена область с максимальной плотностью дефектов кристаллического строения (дислокаций), что и приводит к локальному упрочнению [14–20].

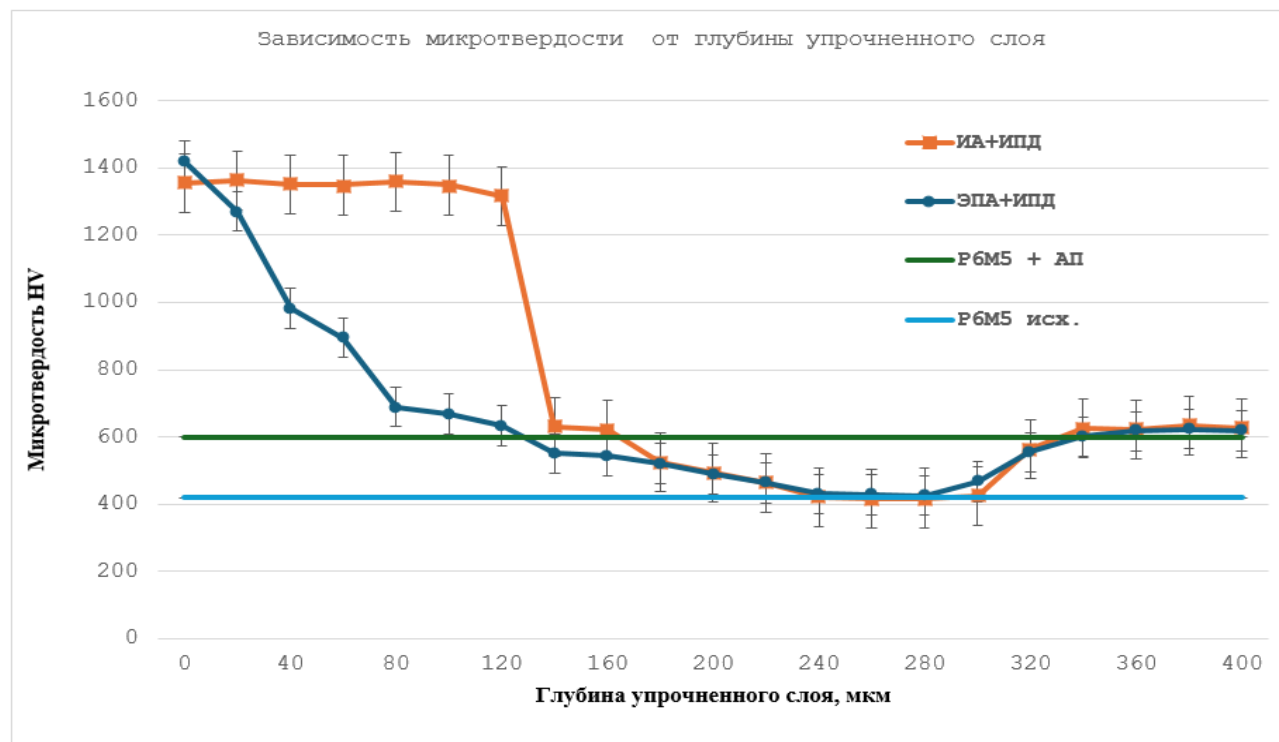


Рис. 4. Зависимость микротвердости от глубины упрочненного слоя

Fig. 4. Dependence of microhardness on the depth of the hardened layer

Электролитно-плазменное азотирование: обработка образцов проводилась продолжительностью 7 минут, температура 600–700 °С. Значение микротвердости поверхности достигло ≈ 1420 HV, что сопоставимо с результатом, полученным методом ИА. Однако глубина азотированного слоя составила приблизительно 60 мкм, что в 2 раза меньше, чем при ионном азотировании.

Аналогично первому случаю, на профиле микротвердости наблюдается схожая картина: за слоем азотирования (≈ 60 мкм) следует слой с пониженной твердостью, после чего на глубине 290–300 мкм вновь наблюдается упрочнение. Это повторение профиля убедительно доказывает, что данная особенность является свойством исходной деформированной структуры, а не результатом термохимической обработки.

Выводы

На основании проведенных исследований по ионному и электролитно-плазменному азотированию предварительно деформированной стали Р6М5 можно сформулировать следующие выводы:

Установлено, что электролитно-плазменное азотирование (ЭПА) обеспечивает достижение поверхностной микротвердости (≈ 1420 HV), сопоставимой с результатами ионного азотирования (ИА) (≈ 1350 HV), но при этом в 25 раз сокращает длительность процесса (7 минут против 3 часов).

Глубина диффузионного слоя, полученного методом ЭПА (≈ 60 мкм), вдвое меньше, чем при ИА (120 мкм). Это определяет выбор технологии в зависимости от требований к эксплуатационным характеристикам инструмента: ЭПА – для задач, требующих высокой поверхностной твердости при минимальном времени обработки; ИА – для случаев, когда критически важна значительная глубина упрочненного слоя.

Ключевым фактором, формирующим немонотонный профиль микротвердости по сечению образцов после обоих видов азо-

тирования, является неоднородная дефектная структура, созданная предварительной интенсивной пластической деформацией (ИПД) асимметричным прокатом.

Обнаруженный рост микротвердости на глубине ~ 300 мкм, не связанный с диффузией азота, свидетельствует о том, что на этой глубине расположена область с максимальной плотностью дефектов кристаллического строения (дислокаций), что и приводит к локальному упрочнению.

Таким образом, сочетание предварительной ИПД асимметричным прокатом с последующим азотированием позволяет формировать градиентные структуры с уникальным распределением свойств, что открывает перспективы для создания инструментов с оптимизированным комплексом поверхностной и объемной прочности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lakhtin Yu.M. Materials Science. M: Mechanical Engineering, 1993. (In Russian) [Лахтин Ю.М. Материаловедение. М.: Машиностроение, 1993].
2. Grigoriev S.N., Tabakov V.P., Volosova M.A. Technological methods for increasing the wear resistance of contact pads of cutting tools // Stary Oskol: TNT. – 2011. – Т. 379. (In Russian) [Григорьев С. Н., Табаков В. П., Волосова М. А. Технологические методы повышения износостойкости контактных площадок режущего инструмента // Старый Оскол: TNT. – 2011. – Т. 379].
3. Erikov K.M. Development of technology for modifying the surface of parts made of heat-resistant powder materials using high-current pulsed electron beams: Cand. Sci. (Eng.) Dissertation: 2.5.15. - Moscow, 2024. - 157 p.. (In Russian) [Ериков К.М. Разработка технологии модификации поверхности деталей из жаропрочных порошковых материалов с применением высокопоточных импульсных электронных пучков: дис. канд. техн. наук: 2.5.15. - М., 2024. - 157 с.].
4. Yachmeneva A.G., Klimov V.N., Aleshin S.V. Deep ion-plasma nitriding of high-speed steel R6M5 // XXX International Innovation Conference of Young Scientists and Students (IIUCS-2018): Conference Proceedings, Moscow, November 20–23, 2018. – Moscow: Federal State Budgetary Scientific Institution A.A. Blagonravov Institute of Mechanical Engineering of the Russian Academy of Sciences, 2019.– S. 719–723. (In Russian) [Ячменева, А. Г. Глубокое ионно-

плазменное азотирование быстрорежущей стали P6M5 / А. Г. Ячменева, В. Н. Климов, С. В. Алешин // XXX Международная инновационная конференция молодых ученых и студентов (МИКМУС - 2018) : Сборник трудов конференции, Москва, 20–23 ноября 2018 года. – Москва: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук, 2019. – С. 719-723]. EDN YWLGLB.

5. Kodirov A. B. Influence of technological parameters of the nitriding process on hardening of steel surface: master's thesis / A. B. Kodirov; National Research Tomsk Polytechnic University (TPU), School of Advanced Manufacturing Technologies (SAMMT), Department of Materials Science (MS); research supervisor S. N. Sorokova. — Tomsk, 2019. (In Russian) [Кодиров А. Б. Влияние технологических параметров процесса азотирования на упрочнение стальной поверхности : магистерская диссертация / А. Б. Кодиров ; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ), Инженерная школа новых производственных технологий (ИШНПТ), Отделение материаловедения (ОМ) ; науч. рук. С. Н. Сорокова. — Томск, 2019.].

6. Belkin P.N., Kusmanov S.A Electrolytic-plasma nitriding of steels / P. N. Belkin, S. A. Kusmanov // Surface. X-ray, synchrotron and neutron studies. – 2017. – № 7. – S. 95-118. (In Russian) [Белкин, П. Н. Электролитно-плазменное азотирование сталей / П. Н. Белкин, С. А. Кусманов // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2017. – № 7. – С. 95-118]. DOI 10.7868/S0207352817030040. EDN YTXASZ.

7. Belkin V.S. Regularities of physicochemical processes of anodic electrolyte-plasma saturation of steel 20 and titanium VT1-0 with nitrogen and boron: diss. – Moscow Aviation Institute., 2019. (In Russian) [БЕЛКИН В. С. Закономерности физико-химических процессов анодного электролитно-плазменного насыщения стали 20 и титана ВТ1-0 азотом и бором : дис. – Московский авиационный институт, 2019].

8. Adamovskii V.V., Iskhakov R.I. SEKTSIYA № 21. Technologies for processing materials with highly concentrated energy flows // G12 Gagarin Readings–2016: XLII International Youth Scientific Conference: Collection of abstracts of reports: In 4 volumes. Moscow: Moscow Aviation Institute (National Research University),, 2016. – 2016. – Т. 12. – С. 235. (In Russian) [Адамовский В. В., Исхаков Р. И. СЕКЦИЯ № 21. Технологии обработки материалов высококонцентрированными потоками энергий // Г12 Гагаринские чтения–2016: XLII Международная молодежная научная конференция: Сборник тезисов докладов: В 4 т. М.: Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), 2016. – 2016. – Т. 12. – С. 235].

9. Khusainov Yu.G., Esipov R.S. The influence of the ultrafine-grained structure of martensitic and austenitic steels on diffusion processes during low-temperature ion nitriding / Yu. G. Khusainov, R. S. Esipov // Actual problems of physical metallurgy of steels and alloys: Proceedings of the XXIV Ural School of Metallurgists-Thermists, Magnitogorsk, March 19–23, 2018 / Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “Magnitogorsk State Technical University named after G.I. Nosov”. – Magnitogorsk: Magnitogorsk State Technical University named after G.I. Nosov, 2018. – S. 152-154. (In Russian) [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 металлургов-термистов, Магнитогорск, 19–23 марта 2018 года / ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». – Магнитогорск: Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, 2018. – С. 152-154]. EDN YQUQNV.

10. Asylbaev A.V., Vafin R.K., Mamontov D.V. [i dr Study of the influence of plastic deformation of the surface of P6M5 tool steel on ion-plasma nitriding in a glow discharge // Rapidly hardened materials and coatings: Proceedings of the XIX International Scientific and Technical Conference, Moskva, 18–19 oktyabrya 2022 goda. – Moskva: Izdatel'stvo Probel-2000, 2022. – S. 176-182. (In Russian) [Исследование влияния пластической деформации поверхности инструментальной стали P6M5 на ионно-плазменное азотирование в тлеющем разряде / А. В. Асылбаев, Р. К. Вафин, Д. В. Мамонтов [и др.] // Быстрозакаленные материалы и покрытия : Материалы XIX Международной научно-технической конференции, Москва, 18–19 октября 2022 года. – Москва: Издательство Пробел-2000, 2022. – С. 176-182]. EDN JDWWPS.

11. Skorynina P.A Strengthening and increasing the wear resistance of austenitic chromium-nickel steels by nanostructuring friction and combined deformation-thermal treatments: dissertation for the degree of candidate of technical sciences.: 2.6. 17 : dis. – b. i., 2024. (In Russian) [Скорынина П. А. Упрочнение и повышение износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей наноструктурирующими фрикционными и комбинированными деформационно-термическими обработками: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук: 2.6. 17 : дис. – б. и., 2024].

12. Savrai R.A. Analysis of fatigue and contact fatigue strength of surface-hardened steels and functional chromium-nickel coatings: dissertation for the degree of Doctor of Technical Sciences: 2.6. 17 : dis. – b. i., 2024.

(In Russian) [Саврай Р. А. Анализ усталостной и контактно-усталостной прочности поверхностно упрочненных сталей и функциональных хромоникелевых покрытий: диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук: 2.6. 17 : дис. – б. и., 2024].

13. Min Htet So Increasing the durability of tools and machine parts by using surface alloying technology of materials due to the formation of carbide, nitride and intermetallic phases in them: dis. Cand. of Engineering Sciences: 05.02.07. - M., 2019. - 113 p. (In Russian) [Мин Хтет Со Повышение стойкости инструмента и деталей машин путем использования технологии поверхностного легирования материалов за счет образования в них карбидных, нитридных и интерметаллидных фаз: дис. канд. техн. наук: 05.02.07. - М., 2019. - 113 с.].

14. Pustovoytov D., Pesin A., Tandon P. Asymmetric (hot, warm, cold, cryo) rolling of light alloys: a review // Metals. – 2021. – Т. 11. – №. 6. – S. 956.

15. Butusova, E. N., Chuvildeev, V. N., & Nokhrin, A. V. (2013). Study of the initiation and propagation of corrosion-fatigue cracks in low-carbon low-alloy steels. Bulletin of Russian Universities. Mathematics, 18 (4-2), 1572–1573 (In Russian) [Бутусова, Е. Н., Чувильдеев, В. Н., & Нохрин, А. В. (2013). Исследование зарождения и распространения коррозионно-усталостных трещин в малоуглеродистых низколегированных сталях. Вестник российских университетов. Математика, 18 (4-2), 1572-1573.].

16. Adamovskii V.V., Iskhakov R.I. SECTION No. 21. Technologies for processing materials with highly concentrated energy flows // G12 Gagarin Readings–2016: XLII International Youth Scientific Conference: Collection of abstracts: In 4 volumes. Moscow: Moscow Aviation Institute (National Research University) 2016. – 2016. – Т. 12. – S. 235. (In Russian) [Адамовский В. В., Исхаков Р. И. СЕКЦИЯ № 21. Технологии обработки материалов высококонцентрированными потоками энергий // Г12 Гагаринские чтения–2016: XLII Международная молодежная научная конференция: Сборник тезисов докладов: В 4 т. М.: Московский авиацион-

ный институт (национальный исследовательский университет), 2016. – 2016. – Т. 12. – С. 235].

17. Klevtsova, Natalia Arturovna. Development of the Scientific Foundations for Increasing the Strength of Materials by Methods of Intensive Impacts, Hardening Surface Treatment and Coating: Dissertation ... Doctor of Technical Sciences: 05.16.01 / Klevtsova Natalia Arturovna; [Place of protection: Orenburg. state University]. - Orenburg, 2012. - 322 p.: ill. (In Russian) [Клевцова, Наталья Артуровна. Развитие научных основ повышения прочности материалов методами интенсивных воздействий, упрочняющей поверхностной обработки и нанесения покрытия : диссертация ... доктора технических наук : 05.16.01 / Клевцова Наталья Артуровна; [Место защиты: Оренбург. гос. ун-т]. — Оренбург, 2012. — 322 с. : ил.].

18. Belkin V.S. Regularities of physicochemical processes of anodic electrolyte-plasma saturation of steel 20 and titanium VT1-0 with nitrogen and boron: diss. – Moscow Aviation Institute., 2019. (In Russian) [БЕЛКИН В. С. Закономерности физико-химических процессов анодного электролитно-плазменного насыщения стали 20 и титана ВТ1-0 азотом и бором : дис. – Московский авиационный институт, 2019].

19. Kovalevskaya Zh.G. Structure and properties of surface layers and coatings during modifying ultrasonic treatment. – 2018. (In Russian) [Ковалевская Ж. Г. Структура и свойства поверхностных слоев и покрытий при модифицирующей ультразвуковой обработке. – 2018].

20. Shaikhutdinova L.R. [et al.] Study of the influence of ion nitriding on the structure and mechanical properties of high-speed tool steel P6M5 after IPD // Bulletin of the Ufa State Aviation Technical University. – 2017. – Т. 21. – № 4 (78). – S. 50-56. (In Russian) [Шайхутдинова Л. Р. и др. Исследование влияния ионного азотирования на структуру и механические свойства инструментальной быстрорежущей стали Р6М5 после ИПД // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. – 2017. – Т. 21. – №. 4 (78). – С. 50-56].