

<sup>1</sup>Б.К. Рахадиллов, <sup>2</sup>М.К. Скаков, <sup>2</sup>Э.Г. Батырбеков, <sup>3</sup>М. Шеффлер, <sup>4</sup>А.Б. Манапбаева

<sup>1</sup>Восточно-Казахстанский государственный технический университет им.  
Д.Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан

<sup>2</sup>Национальный ядерный центр Республики Казахстан, Курчатов, Казахстан

<sup>3</sup>Университет им. Отто-фон-Гёэрике, Магдебург, Германия

<sup>4</sup>Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан  
[bor1988@mail.ru](mailto:bor1988@mail.ru)

## ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5 ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОМ АЗОТИРОВАНИИ

**Аннотация.** В данной работе методом рентгеноструктурного фазового анализа и электронно-микроскопическим методом исследованы тонкая структура, морфология, фазовый состав образцов стали Р6М5 до и после электролитно-плазменного азотирования. Показано, что микроструктура стали Р6М5 в исходном состоянии, т.е. после стандартной термообработки, состоит из отпущенного мартенсита и твердых карбидов типа  $M_6C$  и  $MC$  сферической формы. Выявлено, что после азотирования структура мартенсита более фрагментирована. Установлено, что после электролитно-плазменного азотирования при температуре  $550^\circ C$  в течение 7 минут в поверхностных слоях стали Р6М5 образуются мелкодисперсные нитриды  $CrN$ . Методом микродифракции электронов определено, что после азотирования структура стали Р6М5 состоит из азотистого мартенсита, карбидов ( $M_6C$  и  $MC$ ), нитрида  $Fe_4N$  и мелкодисперсного нитрида  $CrN$ .

**Ключевые слова:** Структура, фазовый состав, азотирования, быстрорежущая сталь, карбид.

### Введение

Современные успехи физического материаловедения сталей создали основы науки о природе их прочности, и они, в настоящее время, интенсивно развиваться. Однако ряд важных вопросов в физическом материаловедении сталей не получил надлежащего развития. В этой связи необходимо отметить явно недостаточное внимание к тонкой структуре сталей и ее эволюции в ходе термической и химико-термической обработки [1-3]. Особенно это касается быстрорежущих сталей. Особый интерес представляют фазовые превращения в поверхностных слоях быстрорежущих сталей при плазменном азотировании [4]. Одним из современных способов плазменного азотирования, позволяющим значительно сократить общее время обработки, а также заметно повысить износостойкость конструкционных и инструментальных сталей, является электролитно-плазменное азотирование

[5]. При электролитно-плазменном азотировании, вследствие физического воздействия ионов высокотемпературной плазмы и электрического разряда, происходят значительные изменения структурно-фазовых состояний материала в тонких поверхностных слоях. Развивающиеся при этом процессы перестройки структуры, структурно-фазовые превращения, происходят в условиях далеких от термодинамически равновесных состояний. Это позволяет получать модифицированные поверхностные слои с уникальным комплексом физико-механических свойств [6].

В связи с выше изложенным, целью настоящей работы является исследование структурных и фазовых превращений в поверхностных слоях быстрорежущей стали Р6М5 при электролитно-плазменном азотировании.

### Материалы и методы исследования

В качестве исследуемого материала использовалась быстрорежущая сталь Р6М5. Химический состав исследуемой стали приведен в таблице 1 (приложения).

Заготовки образцов для исследований в виде параллелепипедов с размерами  $10 \times 30 \times 30$  мм<sup>3</sup> вырезали из прутков стали Р6М5 в состоянии поставки. Затем образцы подвергали стандартной для этой стали термообработке, - закалке от 1230°C в масле и последующему трехкратному отпуску при 560°C (длительность каждого отпуска 1 ч, охлаждение в воздухе) [7]. После термообработки образцы шлифовали и полировали, после чего подвергали электролитно-плазменному азотированию. Электролитно-плазменное азотирование образцов осуществляли на опытно-промышленной установке [8], имеющей следующие основные части: электролитическую ячейку, источник питания, систему автоматического управления, систему охлаждения электролита, систему подачи электролита. Процесс обработки проводили в электролите из водного раствора, содержащего 20% карбамида, 10% карбоната натрия при температуре азотирования образцов – 550°C и времени азотирования 7 минут.

Микроструктуру термообработанной стали изучали с помощью светового микроскопа «АЛТАМІ-МЕТ-1М». Морфологию поверхности и элементный состав образцов стали исследовали на растровом электронном микроскопе JSM-6390LV, с приставкой энергодисперсионного микроанализа INCAEnergy. Исследования фазового состава и кристаллической структуры образцов стали осуществляли методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре X'PertPro в  $\text{CuK}\alpha$  - излучении, используя шаг размером  $0,02^\circ$  и время шага 0,2 с. Рентгеновская дифракция была выполнена при напряжении трубки 40 кВ и токе в 40 мА. Структурные исследования образцов стали проводили методом электронной дифракционной микроскопии на тонких фольгах на электронном микро-

скопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ.

### Результаты экспериментов

На рисунке 1 показана микроструктура стали Р6М5 до и после азотирования. Видно, что в исходном состоянии, т.е. после закалки и трехкратного отпуска состояния, структура стали Р6М5 состоит из пластинчатого мартенсита отпуска и специальных карбидов (рисунок 1а). Частицы карбидов равномерно распределены в матрице и близки к правильной сферической форме. В предыдущих работах авторами было установлено, что это карбиды типа  $\text{M}_6\text{C}$  и  $\text{MC}$ .

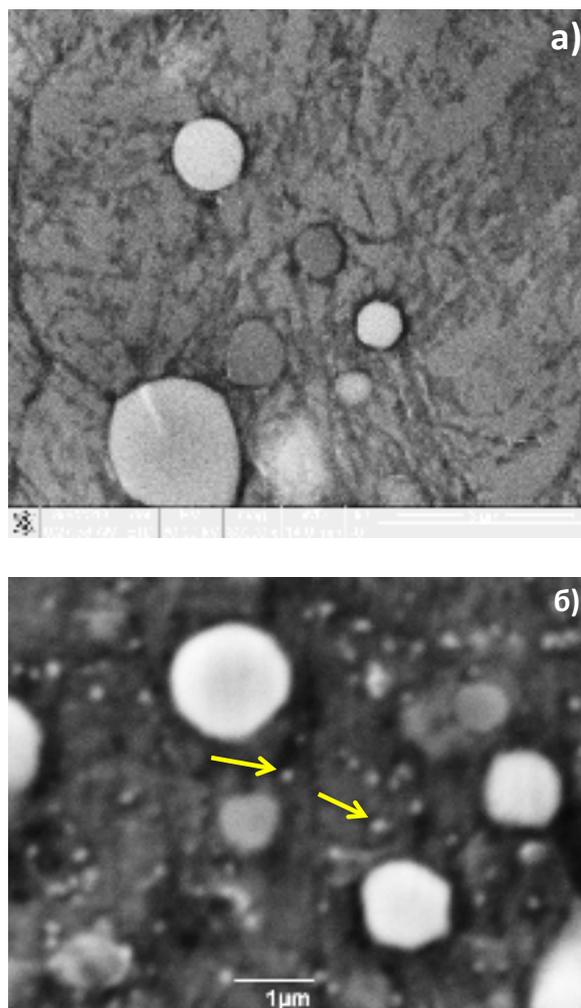


Рисунок 1. -Микроструктура быстрорежущей стали Р6М5 до (а) и после (б) электролитно-плазменного азотирования

Результаты растровой электронной микроскопии показали, что после элек-

тролитно-плазменного азотирования на поверхности стали образуются мелкодисперсные включения со средним размером  $\sim 0,1$  мкм (рисунок 1б). В то время как при азотировании (при  $T=450^\circ\text{C}$  и  $T=500^\circ\text{C}$ ) они не наблюдаются. Предполагается, что эти включения являются мелкодисперсными нитридами легирующих элементов, в частности хрома [9]. Кроме того, образование мелкодисперсных нитридов легирующих элементов именно при температуре  $550^\circ\text{C}$  связано с тем, что эта температура соответствует температуре отпуска данной стали. При отпуске стали Р6М5 при температуре  $550^\circ\text{C}$  происходит дисперсионное твердение в результате частичного распада мартенсита и выделения мелкодисперсных включений упрочняющих фаз. Упрочняющие фазы присутствуют как в виде раздробленных крупных частиц по границам зерен, так и в виде равномерно рассеянных внутри зерен мельчайших частичек [10]. Однако, рентгеноструктурные исследования не выявили нитридные фазы легирующих элементов, возможно, ввиду их низкой концентрации и малого размера. Возможно, это также связано с образованием мелкодисперсных нитридов, распределение которых по слою не обеспечивает их выявления при имеющейся чувствительности фазового рентгеноструктурного анализа.

С целью выявления изменений элементного состава поверхности быстрорежущей стали после азотирования был проведен энергодисперсионный анализ поверхности образцов стали Р6М5, азотированных при  $T=450^\circ\text{C}$ ,  $T=500^\circ\text{C}$  и  $T=550^\circ\text{C}$ . На рисунке 1 (приложения) показаны результаты энергодисперсионного анализа. Он показал, что азот наблюдается только в матрице как и предполагалось по результатам картирования. Содержание азота на поверхности стали Р6М5 достигает 7 % (в весовых %).

На рисунке 2 (приложения) представлены рентгеновские дифрактограммы стали Р6М5 до и после азотирования. Рентгеноструктурный анализ показал, что в исходном состоянии, то-есть, после стандартной термообработки в структуре

стали Р6М5 присутствуют мартенсит в  $\alpha$ -фазе и карбиды  $\text{M}_6\text{C}$ ,  $\text{MC}$ . После азотирования наблюдается уширение, спад интенсивности и сдвиг в сторону меньших брегговских углов интерференционных линий (110) и (211)  $\alpha$ -фазы, что свидетельствует об образовании твердого раствора азота в железе, т.е. зона внутреннего азотирования [11]. На дифрактограммах образцов стали Р6М5, азотированных при  $T=550^\circ\text{C}$  обнаружены интерференционные линии  $\text{Fe}_4\text{N}$ -фазы. Однако рентгеноструктурный анализ не показал наличия нитридов легирующих элементов, возможно, это связано с низкой концентрацией и малой глубиной их образования.

С целью выявления кристаллических структур вторых фаз, образующихся при азотировании, исследовалась тонкая структура и фазовый состав вторичных фаз стали Р6М5 с помощью просвечивающей электронной микроскопии.

Тонкая структура стали Р6М5, наблюдаемая методом электронной микроскопии, представлена на рисунке 2.

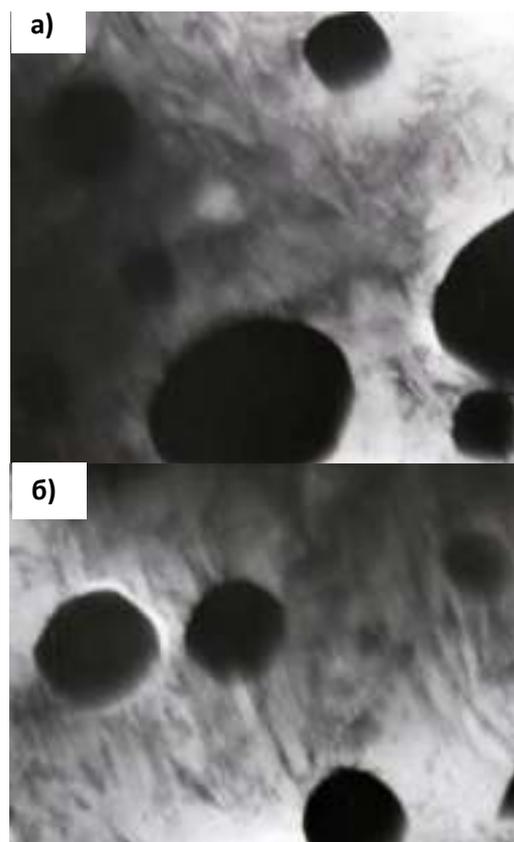


Рисунок 2. - Электронно-микроскопическое изображение тонкой

структуры стали Р6М5 до (а) и после (б) азотирования

Хорошо видно, что основной фазой является  $\alpha$ -фаза (мартенсит) и что округлые карбидные частицы занимают значительную часть объема. Морфологически карбидные фазы более четко огранены. После азотирования структура мартенсита более фрагментирована.

На рисунке 3 приложения показаны электронно-микроскопические изображения тонкой структуры стали Р6М5 до азотирования и их микродифракционные картины, полученные с матрицы и карбидов  $M_6C$  и  $MC$ , а также схемы их индирования.

Было определено, что основными карбидами в стали являются карбид  $M_6C$ , который имеет сложную ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу  $Fd\bar{3}m$  и карбид  $MC$ , который имеет ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу  $Fm\bar{3}m$ .

Электронно-микроскопические изображения тонкой структуры стали Р6М5 после азотирования и их микродифракционные картины, полученные с карбида, матрицы и мелкодисперсных карбидов, а также схемы их индирования показаны на рисунке 4 в приложении. Микродифракционные картины, полученные с матрицы, показали, что в структуре стали Р6М5 после азотирования присутствует нитрид  $Fe_4N$  ( $\gamma'$ -фаза) (рисунок 4 б приложения). Электронно-микроскопическим методом подтверждены образования мелкодисперсных нитридов. Микродифракционная картина, полученная с участка с мелкодисперсными нитридами, показала, что этим нитридам соответствует фаза  $CrN$ .

Таким образом, мы описали и охарактеризовали все вторичные фазы, образующиеся после азотирования в поверхностных слоях быстрорежущей стали Р6М5. Эти исследования являются практически значимыми, т.к. механические свойства быстрорежущей стали в значительной степени определяются структурой вторичных фаз [12]. Предполагается, что образование нитрида  $Fe_4N$  и

мелкодисперсного нитрида  $CrN$  привело в данном случае к повышению твердости и износостойкости стали Р6М5.

### Выводы

Анализируя полученные в работе результаты, можно сделать следующие выводы:

1. Определено, что микроструктура стали Р6М5 в исходном состоянии, т.е. после стандартной термообработки, состоит из отпущенного мартенсита и твердых карбидов типа  $M_6C$  и  $MC$  сферической формы.

2. Установлено, что после электролитно-плазменного азотирования при температуре  $550^\circ C$  в течение 7 минут в поверхностных слоях стали Р6М5 образуются мелкодисперсные включения со средним размером  $\sim 0,1$  мкм, которые представляют собой мелкодисперсные нитриды легирующих элементов.

3. Электронно-микроскопическим методом определено, что образующиеся мелкодисперсные нитриды соответствуют фазе  $CrN$ .

4. Выявлено, что после азотирования структура мартенсита более фрагментирована. Методом микродифракции электронов определено, что после азотирования структура стали Р6М5 состоит из азотистого мартенсита, карбидов ( $M_6C$  и  $MC$ ), нитрида  $Fe_4N$  и мелкодисперсного нитрида  $CrN$ .

5. Предполагается, что произошедшие структурные изменения влекут за собой более высокую прочность материала быстрорежущей стали.

### Список литературы

- 1 Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико-термическая обработка металлов. – М.: Металлургия, 1985. –256 с.
- 2 Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. Азотирование стали. – М.: Машиностроение, 1976. –256 с.
- 3 Химико-термическая обработка металлов и сплавов. Справочник. Борисенко Г.В., Васильев Л.А., Ворошнин Л.Г. и др. –М.: Металлургия, 1981. –424 с.
- 4 Дураджи В.Н., Химико-термическая обработка металлов с нагревом в

электролитной плазме // Actual Conference. Технологии обработки поверхности, 6 (69), 2010 г – с. 45-50.

5 Gupta P., Tenhundfeld G., Daigle E.O., Ryabkov D. Electrolytic plasma technology: Science and engineering – an overview // Surf. & Coat. Technol. 2007. V. 25. P. 87-96.

6 Суминов И.В., Белкин П.Н. и др. Мир материалов и технологий. В 2-х томах, Том 1, М. изд. Техносфера, 2011, - 464 с.

7 Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. – М.: Металлургия, 1985. – 408с.

8 Скаков М.К., Рахадиллов Б.К., Рахадиллов М.К. Способ упрочнения рабочей поверхности режущего инструмента электролитно-плазменным нагревом // Станочный парк, 2013 - №6(105). - S. 30 -33.

9 Лахтин Ю.М., Коган Я.Э., Шпис Г.И., Бенер З. Теория и технология

азотирования.- М.: Металлургия, 1991 г. 320 с.

10 Новые идеи о механизме образования структуры азотированных сталей /С.А.Герасимов, А.В.Жихарев, Е.В. Березина, Г.И.Зубарев //МиТОМ,- 2004. № 1. - С. 13 -17.

11 Арзамасов Б.Н., Братухин А.Г., Елисеев Ю.С., Панайоти Т.А. Ионная химико-термическая обработка сплавов. М., изд-во МГТУ им.Н.Э. Баумана, 1999, 400 с.

12 Кремнев Л.С. Теория легирования и создание на ее основе теплостойких инструментальных сталей и сплавов / Металловедение и термическая обработка металлов №11 (641), 2008

*Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Комитета науки МОН РК на 2013-2015 гг. по программе "Грантовое финансирование научных исследований".*

*Принято в печать 30.06.14*

## Приложение

Таблица 1 – Химический состав быстрорежущей стали Р6М5 (ГОСТ 19265-73)

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V	Co
0.82-0.9	до 0.5	до 0.5	до 0.4	до 0.025	до 0.03	3.8-4.4	4.8-5.3	5.5-6.5	1.7-2.1	до 0.5

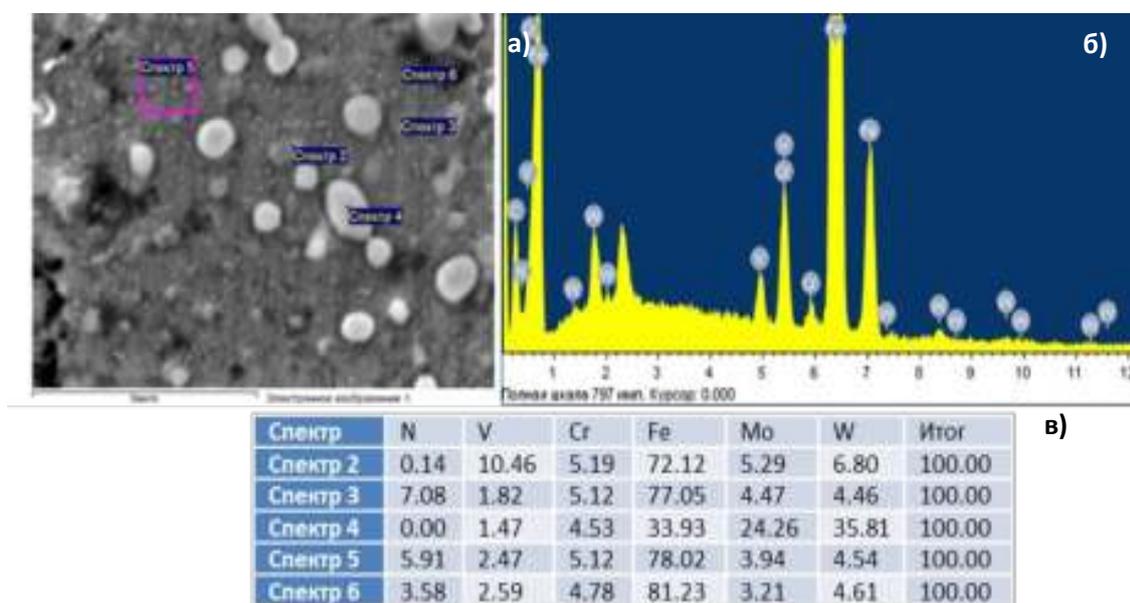


Рисунок 1 - РЭМ-изображение стали Р6М5 после азотирования при T=550°C (а), спектры характеристического излучения (б) и результаты рентгеновского микроанализа в области микровыделений (в)

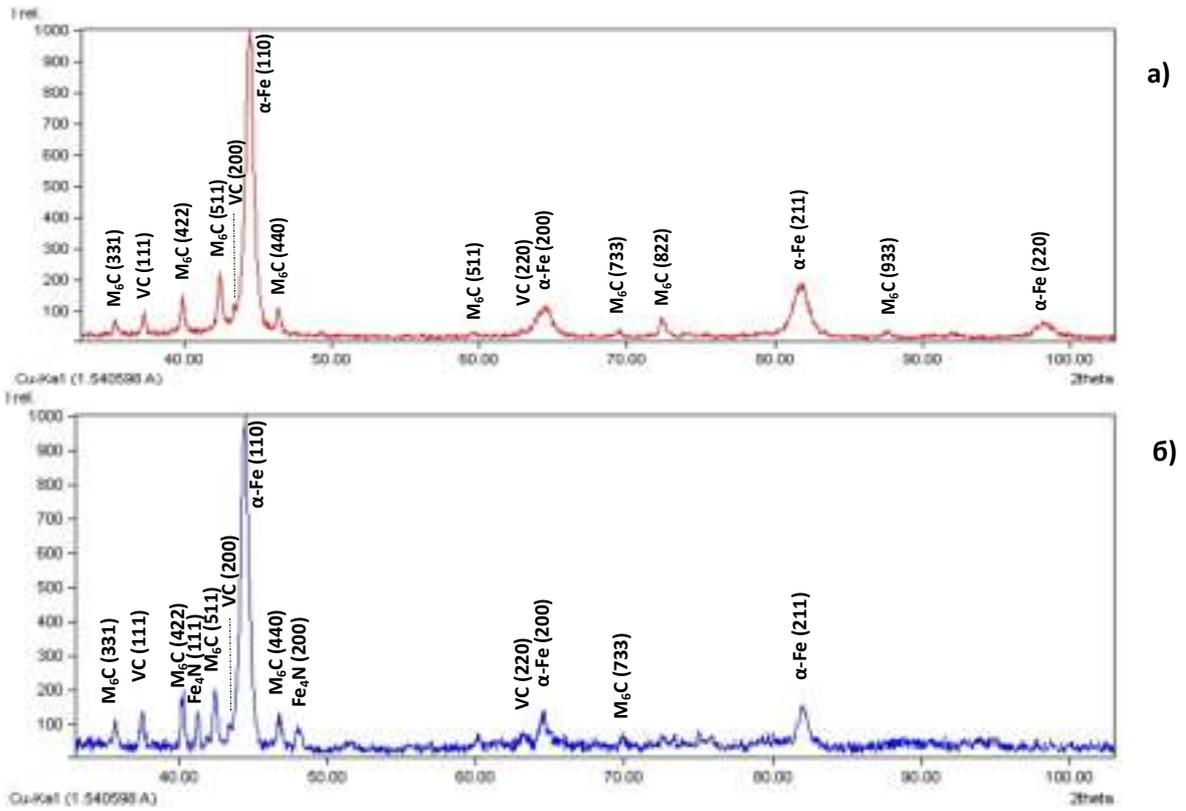


Рисунок 2. – Дифрактограммы образцов быстрорежущей стали РБМ5 до (а) и после азотирования при температуре 550°C (б)

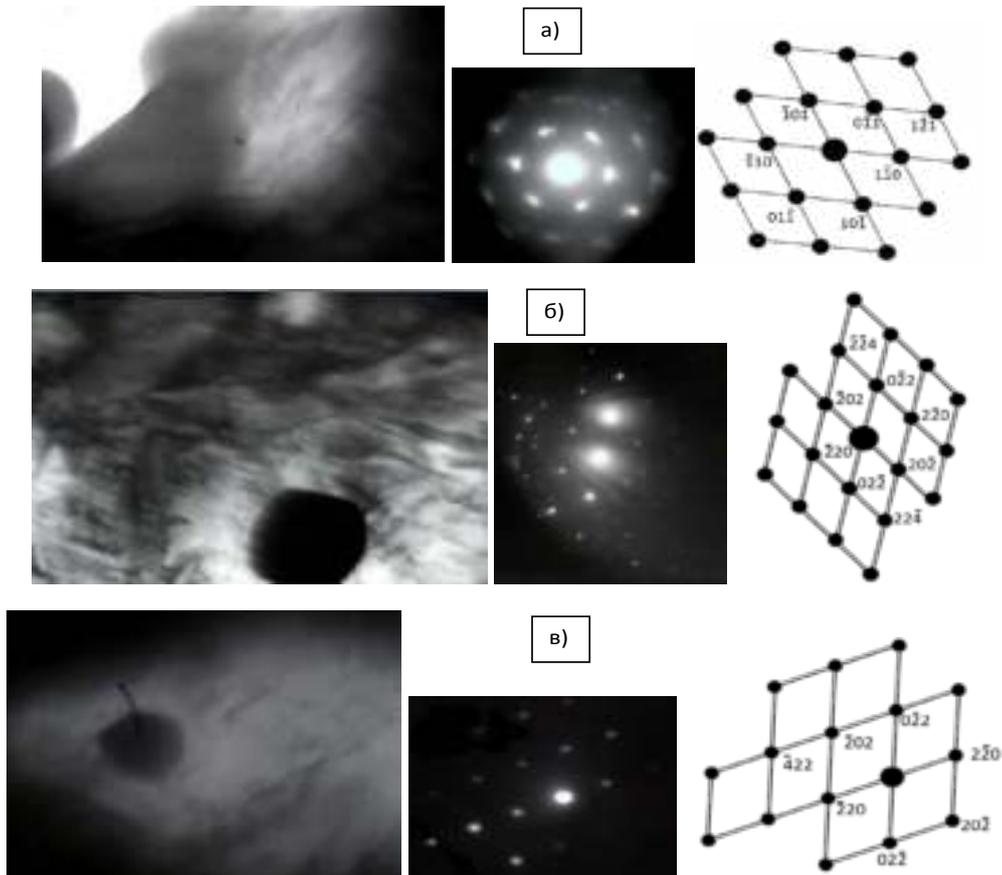


Рисунок 3- Электронно-микроскопические изображения тонкой структуры стали РБМ5 до азотирования и их микродифракционные картины, полученные с матрицы (а) и карбидов  $M_6C$  (б) и  $MC$  (в) и схемы их индирования

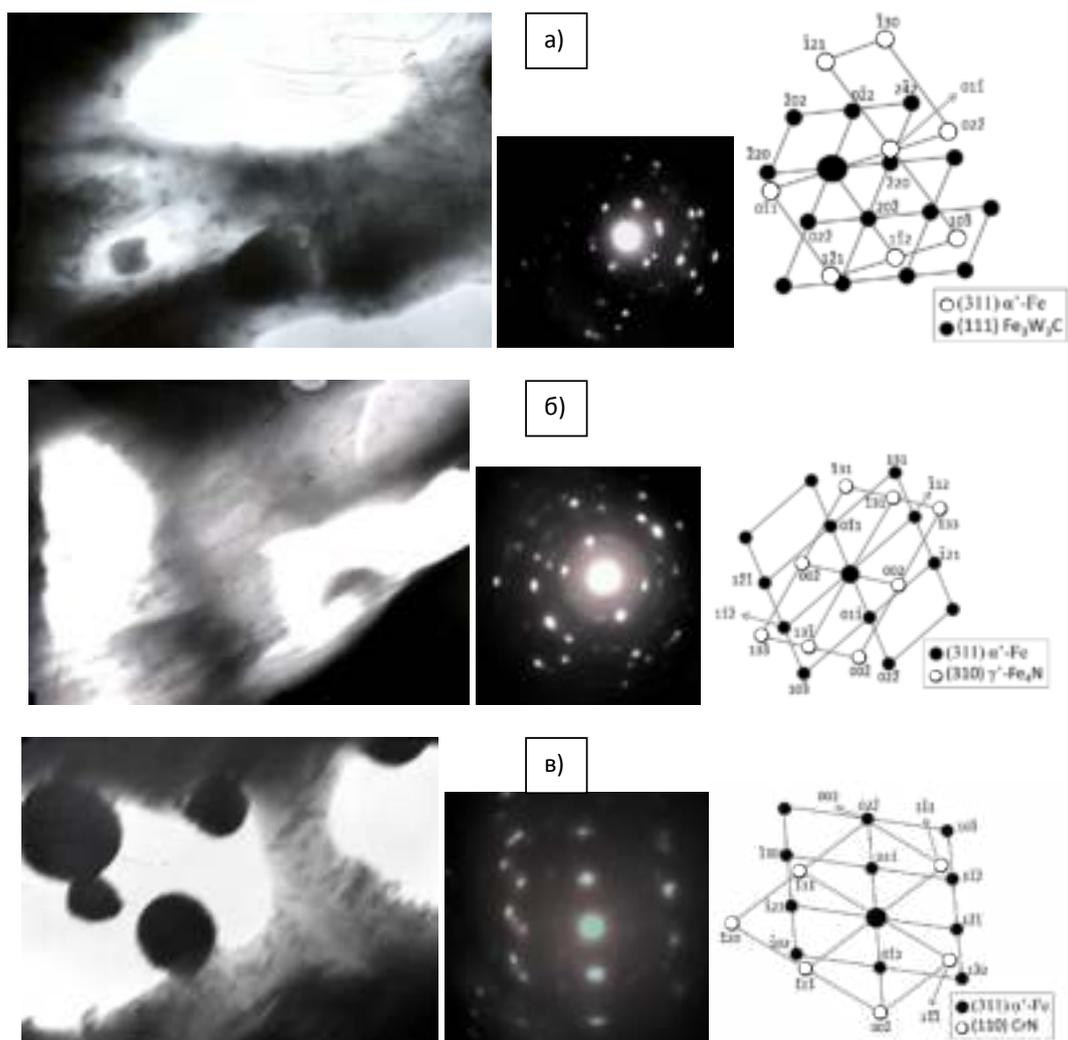


Рисунок 4- Электронно-микроскопические изображения тонкой структуры стали Р6М5 после азотирования и их микродифракционные картины, полученные с карбида (а), матрицы(б) и мелкодисперсных карбидов (в)и схемы их индирования

УДК538.911

<sup>1</sup>Б.К. Рахадиллов,<sup>2</sup>М.К. Скаков,<sup>2</sup>Э.Г. Батырбеков,<sup>3</sup>М. Шеффлер,<sup>4</sup>А.Б.Манапбаева

<sup>1</sup>Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д.Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

<sup>2</sup>Национальный ядерный центр Республики Казахстан, г. Курчатов, Казахстан

<sup>3</sup>Университет им. Отто-фон-Гуерике, г. Магдебург, Германия

<sup>4</sup>Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г. Алматы, Казахстан  
[bor1988@mail.ru](mailto:bor1988@mail.ru)

## ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5 ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОМ АЗОТИРОВАНИИ

**Аннотация.** В данной работе методом рентгеноструктурного фазового анализа и электронно-микроскопическим методом исследованы тонкая структура, морфология, фазовый состав образцов стали Р6М5 до и после электролитно-плазменного азотирования. Показано, что микроструктура стали Р6М5 в исходном состоянии, т.е.

после стандартной термообработки, состоит из отпущенного мартенсита и твердых карбидов типа  $M_6C$  и  $MC$  сферической формы. Выявлено, что после азотирования структура мартенсита более фрагментирована. Установлено, что после электролитно-плазменного азотирования при температуре  $550^\circ C$  в течение 7 минут в поверхностных слоях стали Р6М5 образуются мелкодисперсные нитриды  $CrN$ . Методом микродифракции электронов определено, что после азотирования структура стали Р6М5 состоит из азотистого мартенсита, карбидов ( $M_6C$  и  $MC$ ), нитрида  $Fe_4N$  и мелкодисперсного нитрида  $CrN$ .

**Ключевые слова:** Структура, фазовый состав, азотирования, быстрорежущая сталь, карбид.

UDK538.911

<sup>1</sup>В.К. Rakhadilov , <sup>2</sup>М.К. Skakov , <sup>2</sup>Е.Г. Batyrbekov <sup>3</sup>М . Scheffler ,  
<sup>4</sup>А.В.Манапбаева

<sup>1</sup>*D.Serikbayev East Kazakhstan State Technical University, Ust -Kamenogorsk, Kazakhstan*

<sup>2</sup>*National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan, Kurchatov, Kazakhstan*

<sup>3</sup>*University of Otto-fon-Guericke, Magdeburg, Germany*

<sup>4</sup>*Al-Farabi Kazahsky National University, Almaty, Kazakhstan, bor1988@mail.ru*

#### EVOLUTION OF THE SURFACE LAYER IN R6M5 HIGH SPEED STEEL AFTER ELECTROLYTIC-PLASMA NITRIDING

**Abstract.** In this paper by X-ray phase analysis and electron microscopic method studied fine structure, morphology and phase composition of samples of R6M5 steel before and after electrolytic-plasma nitriding. It is shown that the microstructure of the R6M5 steel in the initial state, i.e. after normal heat processing consists of tempered martensite and carbides solid  $M_6C$  and  $MC$ -type with spherical shape. Revealed that the martensite structure after nitriding more fragmented. Found that after electrolytic-plasma nitriding at  $550^\circ C$  for 7 minutes in the surface layers of R6M5 steel  $CrN$  fine nitrides are formed. Microdiffraction method electrons is determined that the structure after nitriding steel R6M5 nitrogen martensite comprises carbides ( $M_6C$  and  $MC$ ),  $Fe_4N$  nitride and  $CrN$  fine nitride.

**Keywords:** structure, phase composition, nitriding, high-speed steel, carbide.

УДК538.911

<sup>1</sup>Б.К. Рахадиллов,<sup>2</sup>М.К. Скаков,<sup>2</sup>Э.Г. Батырбеков,<sup>3</sup>М. Шеффлер,<sup>4</sup>А.Б.Манапбаева

<sup>1</sup>*Д.Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан мемлекеттік техникалық университеті, Өскемен қаласы, Қазақстан*

<sup>2</sup>*Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы РМК Курчатов қ-сы, Қазақстан*

<sup>3</sup>*Университет Отто-фон-Гуэрике атындағы Университет. Магдебург, Германия*

<sup>4</sup>*Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы қаласы, Қазақстан*  
[bor1988@mail.ru](mailto:bor1988@mail.ru)

#### ЭЛЕКТРОЛИТТИ ПЛАЗМАМЕН АЗОТТАУ КЕЗІНДЕ Р6М5 ЖЫЛДАМКЕСКІШ БОЛАТЫНЫҢ БЕТТІК ҚАБАТ ҚҰРЫЛЫМЫНЫҢ ЭВОЛЮЦИЯСЫ

**Аннотация.** Бұл жұмыста рентгендік құрылымдық фазалық талдау және электрондық-микроскопиялық әдіспен электролиттік плазмалық азоттауға дейінгі және

кейінгі Р6М5 болатының үлгілерінің жұқа құрылымы, фазалық құрамы, морфологиясы зерттелген. Р6М5 болатының құрылымы бастапқы күйде, сонымен қатар стандарттық термоөңдеуден кейін сфералық пішіндегі  $M_6C$  және  $MC$  типтегі қатты карбидтерден және босатылған мартенситтен тұратыны көрсетілген. Азоттаудан кейін мартенсит құрылымы біршама көрінгені анықталған. Электролиттік плазмалық азоттаудан кейінгі 7 минут ішінде  $550^{\circ}C$  температурада қызған Р6М5 болатының беткі қабатында  $CrN$  ұсақдисперсті нитридi пайда болғаны көрсетілген. Электрондардың микродифракциясы әдісімен азоттаудан кейін Р6М5 болатының құрылымы азоттық мартенситтен, карбидтерден ( $M_6C$  және  $MC$ ),  $Fe_4N$  нитридiнен және  $CrN$  ұсақдисперсті нитридiнен тұратыны анықталған.