___ Вестник УГАТУ _____

УДК 621.785.532

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ И СТРУКТУРЫ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ ПО-СЛЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ

Д.В. Мамонтов¹, И.Д. Склизков, Р.К. Вафин, К.Н. Рамазанов, Р.Р. Фасхетдинов, Д.Ш. Зимасов

¹dany.mamontow@yandex.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий». г. Уфа, Россия

Поступила в редакцию 13.12.2023

Аннотация. В данной работе исследовано влияние ионно-плазменного азотирования (ИПА) на микротвердость и структуру инструментальных сталей. Для исследования использовались образцы из сталей P6M5 и P18, прошедшие закалку при температуре 1300°C с последующим трехкратным отпуском при температуре 550°C. ИПА проводили в газовой смеси, состоящей из 50 % аргона, 35 % азота и 15 % водорода, при давлении 250 Па и температуре обрабатываемой поверхности в 400°C, 500°C и 600°C, в течение 3ч., 6ч., 9ч. Было установлено, что наибольшая поверхностная твердость в 1600 HV для образцов из стали P6M5 и 1500 HV для образцов из стали P18 наблюдается после ИПА в TP при 500°C в течение 9 ч. Максимальная глубина упрочненного слоя в 120 мкм для образца из P6M5 и 100 мкм для образца из P18 наблюдается после обработке при той же температуре в течении 6 и 9 часов.

Ключевые слова: инструментальная сталь, ионно-плазменное азотирование, тлеющий разряд, микро-твердость, микроструктура.

введение

Постоянная необходимость обеспечения соответствия свойств инструментальных материалов, используемых в обрабатывающей промышленности, все более жестким условиям эксплуатации является серьезной проблемой, стоящей на пути развития машиностроительного производства. Как правило, инструментальные стали не соответствуют требуемым характеристикам хотя бы по одному параметру, что приводит к необходимости использования либо более дорогостоящих аналогов с требуемым набором свойств, либо модификации структуры имеющихся путем термической или механической обработки. Альтернативой данным способам стали постоянно развивающиеся методы химико-термической обработки (XTO) или осаждение покрытий на основе нитридов и карбонитридов тугоплавких метал-лов.

Среди всего многообразия способов XTO следует выделить технологию ионного азотирования в плазме тлеющего разряда. Ионное азотирование - это метод повышения твердости инструментальной стали путем внедрения атомов азота в ее поверхностный слой [1-11]. После такой обработки значительно повышает механические и эксплуатационные свойства, в том числе прочность, твердость, износостойкость, устойчивость к царапинам, коррозионную стойкость, усталостную прочность и жаропрочность [12-16]. Как следствие повышаются свойства инструментов и деталей.

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Государственного задания № FEUE-2023-0006

Целью данной работы является исследование микротвердости и структуры инструментальных сталей P6M5 и P18 после ионно-плазменного азотирования. Результаты данного исследования могут способствовать повышению качества инструментальной стали и оптимизации процесса ее производства.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В работе использовались образцы из инструментальных сталей P6M5 и P18 (табл. 1) после закалки при температуре 1300°С с последующим трехкратным отпуском при температуре 550°С.

Таблица 1

Марка стали	С, %	Si, %	Mn, %	Ni, %	Cr, %	Mo, %	W, %	V, %	Co, %
P6M5	0,820,9	до 0,5	до 0,5	до 0,4	3,84,4	4,85,3	5,56,5	1,72,1	до 0,5
P18	0,730,8	0,20,5	0,20,5	до 0,6	3,84,4	до 0,1	1718,5	11,4	до 0,5

17 U					DATE	D1	0
химическии	COCTAR	UHCTNV	ментя пьных	стя пеи	POVIS	ирг	x
Augun iccum	COUTAD	merpy	mennasibiidia	CIAJICH	1 01/15		U

Для изучения влияния ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде на характеристики инструментальных сталей P6M5 и P18 проводили обработку на модернизированной установку ЭЛУ-5М (рис. 1). Перед обработкой в вакуумной камере проводилась ионная очистка поверхности образцов в течение 15 мин в атмосфере аргона при давлении p = 10...20Па. ИПА проводили в газовой смеси, состоящей из аргона, азота и водорода в процентном соотношении 50% Ar+35% N_2 +15% H_2 при давлении газа p = 200 Па и темпера-турах T = 400°C, 500°C и 600°C в течение 3ч., 6ч., 9ч. (табл. 2).



Рис. 1. Схема процесса ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде.

Режимы ионно-плазменного азотирования

Таблица 2

N₂	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Температура, °С	400	400	400	500	500	500	600	600	600
Давление, Па	250	250	250	250	250	250	250	250	250
Длительность, ч	3	6	9	3	6	9	3	6	9

Исследование микротвердости поверхностного слоя образцов после ионно-плазменного азотирования проводилась по методу Виккерса на наклонных шлифах (угол $\sim 6^{\circ}$) на автоматическом твердомере «*EMCO-Test DuraScan 50*». Для получения достоверных результатов исследования измерения осуществлялись по трем областям каждого образца до значений

основы. Графики распределения микротвердости строились по средним арифметическим значениям с трех областей. Толщина упрочненного слоя определялась по кривым распределения микротвердости до значения основы.

Для выявления микроструктуры исследуемые образцы подвергались химическому травлению в течение 10 с раствором из кислот: C_2H_5OH (80 мл), HNO_3 (10 мл), HCl (10 мл) и $C_6H_3N_3O_7$ (1 г). Толщина нитридной зоны оценивалась по полученным оптическим снимкам микроструктур с помощью микроскопа «*Olympus GX51*».

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для исследования влияния ионно-плазменного азотирования (ИПА) в тлеющем разряде (ТР) на глубину и микротвердость упрочненного слоя инструментальных сталей были взяты две партии по 9 образцов из сталей Р6М5 и Р18. Были проведены исследования микротвердости по глубине для исходных образцов из обеих партий после термообработки. Значения микротвердости составили 1000-1100 *HV* для образцов из Р6М5 и 800-1000 *HV* для образцов из Р18.

На рисунках 2-7 представлены графики распределения микротвердости образцов после ИПА в ТР при изменении длительности и температуры азотирования.



Рис. 2. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р6М5, прошедших ИПА в ТР при 400°С.



Рис. 3. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р18, прошедших ИПА в ТР при 400°С

Как видно из представленных графиков, во время обработки при 400°С (рис. 2,3), вне зависимости от материала и времени обработки, диффузия азота вглубь материала практически не происходит. Микротвердость полученных образцов (1000-1100*HV* для образцов из P6M5 и 800-1000*HV* для образцов из P18) остается на том же уровне, что и у исходных. Происходит это из-за того, что при данной температуре энергии атомов, находящихся в поверхностных слоях образцов, недостаточно, для диффузии азота вглубь материала [16, 18].



Рис. 4. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р6М5, прошедших ИПА в ТР при 500°С



Рис. 5. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р18, прошедших ИПА в ТР при 500°С

После обработки при 500°С (рис. 4,5) образцы из обоих материалов показали наибольший прирост в поверхностной микротвердости. Прирост поверхностной микротвердости составил ~500 HV (45-50% в зависимости от длительности обработки) для образцов из P6M5 и ~600 HV (67-75% в зависимости от длительности обработки) для образцов из P18. Это объясняется тем, что во время ИПА сформировался твердый раствор азота в железе, с большей концентрацией азота в нем, заместив часть объема α-Fe ε-фазой [17].

При этом на данных графиках наблюдается увеличение глубины при увеличении длительности обработки с 3 часов (50 мкм для обоих образцов) до 6 часов (120 мкм для образца из P6M5 и 100 мкм для образца из P18). Однако при увеличении длительности обработки с 6 часов до 9 часов увеличения глубины упрочненного слоя не наблюдается ни для одного из образцов. Это связано с тем, что в первые часы азотирования поверхностный слой материала насыщается азотом, и образующиеся при этом нитриды, при последующем азотировании, препятствуют дальнейшей диффузии азота вглубь материала [12, 18].



Рис. 6. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р6М5, прошедших ИПА в ТР при 600°С



Рис. 7. Распределение микротвердости по глубине для образцов из стали Р18, прошедших ИПА в ТР при 600°С

После обработки образцов из стали P6M5 при 600°С (рис. 6) наблюдается понижение микротвердости ниже исходных образцов после глубины 80 мкм для образца, прошедшего обработку в течении 3 часов, и 200 мкм для образца, прошедшего обработку в течение 6 часов. Для образца, прошедшего обработку в течение 9 часов, не наблюдается значительного изменения микротвердости относительно исходного образца. Это может быть связано с отпуском материала во время обработки, так как температура в процессе ИПА в ТР превысила температуру отпуска стали (560°С) [19]. Можно предположить, что понижения микротвердости в приповерхностных слоях, вызванное отпуском стали, было скомпенсировано повышением микротвердости в процессе азотирования, в результате чего поверхностная микро-твердость для данных образцов осталась на уровне исходных (1000-1100 *HV*).

После обработки образцов из стали P18 при 600°С (рис. 7) наблюдается прирост микротвердости в приповерхностных слоях на 100-200 *HV* (13-22%), что значительно ниже, чем после обработке при 500°С. Это так же может быть связано с понижением твердости материала, вызванным отпуском стали в процессе обработки [19].

Для более комплексного и наглядного сравнения поверхностной микротвердости образцов были составлены трехмерные диаграммы (рис. 8).

На обоих графиках (рис. 8) заметно характерное ребро на температуре азотирования 500°С. До данной температуры значения поверхностной твердости повышаются для обоих образцов при всех режимах. Однако после данной температуры значения поверхностной твердости уменьшаются так же для всех режимов. Это может быть связано с отпуском материала во время обработки, так как температура в процессе ИПА в ТР превысила температуру отпуска стали (560°С) [19]. В связи с чем можно сделать вывод, что проведение ИПА в ТР при температуре свыше 500 не способствует упрочнению материала. Так же для обоих графиков характерно «расширение» областей с наивысшей поверхностной твердостью при увеличении длительности азотирования с 6ч. до 9ч. Это говорит о необходимости более подробного изучения ИПА в ТР при различных температурах в течении 6-9 часов.

Для подтверждения полученных результатов и исследования структуры инструментальных сталей после азотирования были проведены микроструктурные исследования стали P6M5 до ИПА в ТР и после ИПА в ТР при 500°С в течении 3ч., 6ч., 9ч. (рис.4). Поверхностная микротвердость после термообработки стали P6M5 составляет 1000-1100 *HV*. При многократном отпуске из остаточного аустенита выделяются дисперсные карбиды, легированность аустенита уменьшается, и он претерпевает мартенситное превращение (рис. 9). Светлые поля, которые представляют собой остаточный аустенит практически, отсутствуют. Средний размер зерна составляет~10 мкм [20].



Рис. 8. Трехмерный график поверхностной твердости после ИПА в ТР при различных режимах для образцов из: *a* – *P6M5*; *б* – *P18*.



Рис. 9. Исходная микроструктура стали P6M5 после закалки при температуре 1300°C с последующим трехкратным отпуском при температуре 550°C.

Для быстрорежущей стали P6M5 большое значение имеет распределение карбидной фазы. На фотографиях микроструктуры характер распределения частиц неоднородный в виде полос толщиной 5–10 мкм (рис. 9-12). Карбидная неоднородность заключается в неравномерном распределении и неодинаковой форме расположения избыточных карбидов в структуре. На рисунках 10-12 показана структура образцов из стали P6M5, подвергнутых ИПА в ТР при 500°С в течении 3ч., 6ч., 9ч.



Рис. 10. Микроструктура стали Р6М5 после ИПА в ТР при 500°С в течении 3ч.



Рис. 11. Микроструктура стали Р6М5 после ИПА в ТР при 500°С в течении 6ч.



Рис. 12. Микроструктура стали Р6М5 после ИПА в ТР при 500°С в течении 9ч.

Анализ структуры сталей, прошедших азотирование в тлеющем разряде, показывает наличие темной диффузионной зоны, размер которой меняется в зависимости от технологических параметров тлеющего разряда. Диффузионная зона представляет собой α-фазу – азотистый феррит с ОЦК решеткой. Переход от азотированного слоя к нижележащим слоям плавный, что является одним из основных требований к микроструктуре азотированной стали

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе исследовалось влияния различных режимов ионно-плазменного азотирования в тлеющем разряде на микротвердость и структуру инструментальных быстрорежущих сталей P6M5 и P18. Было установлено, что наибольшая поверхностная твердость в 1600 HV для образцов из стали P6M5 и 1500 HV для образцов из стали P18 наблюдается после ИПА в TP при 500°C в течение 9 ч. Максимальная глубина упрочненного слоя в 120 мкм для образца из P6M5 и 100 мкм для образца из P18 наблюдается после обработке при той же температуре в течении 6 и 9 часов. Из этого можно сделать вывод, что при обработке при 500°C в течении времени свыше 6 часов глубина упрочненного слоя практически не изменяется, а поверхностная твердость изменяется, но незначительно (~7-10%). Таким образом из полученных данных можно сделать вывод, что оптимальным режимом обработки из исследованных является ИПА

в ТР при 500°С в течении 6-9 часов. Однако для более точного определения оптимальных режимов азотирования требуется провести дополнительные более подробные эксперименты по ИПА в ТР при температурах от 500 до 600°С и длительности от 3 до 6ч.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Zhengjie L., Liqiang W., Kelvin W. K. Y., Jining Q**. The ultrafine-grained titanium and biomedical titanium alloys processed by severe plastic deformation (SPD) // SOJ Materials Science & Engineering. 2013. Vol. 1. No. 1. P. 1–5.

2. Cho K. T., Song K., Oh S. H., Lee Y. K., Lee W. B. Surface hardening of shot peened H13 steel by enhanced nitrogen diffusion // Surface and Coatings Technology. 2013. Vol. 232. P. 912–919.

3. Shen L., Wang L., Wang Y., Wang C. Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel with pre-shot peening // Surface and Coatings Technology. 2010. Vol. 204. No. 20. P. 3222–3227.

4. Lu K., Lu J. Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials-presentation of the concept behind a new approach // Journal of Materials Science and Technology. 1999. Vol. 15. No. 3. P. 193–197.

5. Lu K., Lu J. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment // Materials Science and Engineering: A. 2004. Vol. 375. P. 38–45.

6. Lu Y., Li D., Ma H., Liu X., Wu M., Hu J. Enhanced plasma nitriding efficiency and properties by severe plastic deformation pretreatment for 316L austenitic stainless steel // Journal of Materials Research and Technology. 2021. Vol. 15. P. 1742–1746.

7. Farokhzadeh K., Qian J., Edrisy A. Effect of SPD surface layer on plasma nitriding of Ti–6Al–4V alloy // Materials Science and Engineering: A. 2014. Vol. 589. P. 199–208.

8. Балахнин А. Н., Панов Д. О., Титова М. Г., Перцев А. С., Смирнов А. И., Симонов Ю. Н. Влияние холодной пластической деформации методом радиальной ковки на структуру и свойства стали 10Х3ГЗМФ // МиТОМ. 2012. №. 11. С. 22–27. [Balakhnin A. N. N., Panov D. O., Titova M. G., Pertsev A. S., Smirnov A. I., Simonov Yu. S., Smirnov A. I., Simonov Yu. N. Effect of cold plastic deformation by radial forging on the structure and properties of steel 10Х3G3MF // MiTOM. 2012. №. 11. С. 22-27.]

9. Li Y., Wang L., Zhang D., Shen L. The effect of surface nanocrystallization on plasma nitriding behaviour of AISI 4140 steel // Applied Surface Science. 2010. Vol. 257. No. 3. P. 979–984.

10. Balusamy T., Narayanan T. S., Ravichandran K., Park I. S., Lee M. H. Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment // Materials characterization. 2013. Vol. 85. P. 38–47.

11. Wang B., Liu B., Zhang X., Gu J. Enhancing heavy load wear resistance of AISI 4140 steel through the formation of a severely deformed compound-free nitrided surface layer // Surface and Coatings Technology. 2018. Vol. 356. P. 89–95.

12. Лахтин Ю. М., Коган Я. Д. Азотирование стали // М.: Машиностроение. 1976. [Lakhtin Y. M., Kogan Ya. D. Nitriding of steel // М.: Mashinostroenie. 1976.]

13. Александров В. А., Грачев А. В., Барабанов С. И. Сокращение длительности процесса азотирования коррозионностойких сталей // МиТОМ. 2011. №. 7. С. 37–39. [Aleksandrov V. A., Grachev A. V. V., Barabanov S. I. Reduction of duration of the nitriding process of corrosion-resistant steels // MiTOM. 2011. №. 7. Р. 37-39.]

14. Valiev R. Z., Zhilyaev A. P., Langdon T. G. Bulk nanostructured materials: fundamentals and applications // John Wiley & Sons. 2013.

15. Korkmaz E. E., Bayram A., Ertan R., Yavuz N. Effect of plasma nitriding parameters on the wear behaviour of AISI D6 tool steel // Materials Testing. 2013. Vol. 55. No. 6. P. 455–461.

16. Белашова И. С., Шашков А. О. Кинетика роста диффузионного слоя при термогазоциклическом способе азотирования // МиТОМ. 2012. №. 6. С. 46–50. [Belashova, I. S.; Shashkov, A. O. Kinetics of the diffusion layer growth at the thermogasocyclic nitriding method // MiTOM. 2012. №. 6. С. 46-50.]

17. Арзамасов Б.Н., Братухин А.Г., Елисеев Ю.С., Панайоти Т.А. Ионная химико-термическая обработка сплавов // М.: изд-во МВТУ им Баумана. 1999. [Arzamasov B.N., Bratukhin A.G., Eliseev Y.S., Panayoti T.A. Ion chemical-thermal treatment of alloys // М.: Bauman MVTU Publishing House. 1999]

18. Бокштейн Б. С. Диффузия в металлах // М.: Металлургия. 1978. [Bockstein B. C. Diffusion in metals // М.: Metallurgy. 1978.]

19. Разикова Д. С. и др. ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ //Talqin va tadqiqotlar ilmiy-uslubiy jurnali. – 2022. – Т. 4. – №. 4. – С. 96-99. [Razikova D. S. et al. THERMICAL TREATMENT OF INSTRUMENTAL STEELS //Talqin va tadqiqotlar ilmiy-uslubiy jurnali. - 2022. - Т. 4. – №. 4. – Р.96-99]

20. Вафин Р. К. Влияние ионного азотирования в тлеющем разряде с магнитным полем на структуру и фазовый состав инструментальных сталей P6M5 и X12 : дис. – Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 2013. [Vafin R. K. Influence of ion nitriding in glow discharge with magnetic field on structure and phase composition of tool steels P6M5 and X12 : Cand. - Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2013.]

ОБ АВТОРАХ

МАМОНТОВ Даниил Валерьевич, аспирант кафедры Технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий», диплом магистра конструкторско-технологического обеспечения машиностроительных (2022 г., ФГБОУ ВО «УГАТУ»).

СКЛИЗКОВ Иван Дмитриевич, аспирант кафедры Технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий», диплом магистра конструкторско-технологического обеспечения машиностроительных (2022 г., ФГБОУ ВО «УГАТУ»).

ВАФИН Руслан Каримович, Кандидат технических наук, Доцент кафедры технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий».

РАМАЗАНОВ Камиль Нуруллаевич, Доктор технических наук, профессор, Заведующий кафедры технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий».

ФАСХЕТДИНОВ Ростислав Раисович, студент 4 курса кафедры Технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий».

ЗИМАСОВ Данир Шамилович, студент 4 курса кафедры Технологии машиностроения, ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий».

METADATA

Title: Study of microhardness and structure of tool steels after ion-plasma nitriding in a glow discharge.

Authors: D.V. Mamontow¹, I.D. Sklizkov², R.K. Vafin³, K.N. Ramazanov⁴, R.R. Fashetdinov⁵, D.Sh. Zimasov⁶

Affiliation:

Ufa University of Science and Technology (UUST), Russia.

Email: ¹dany.mamontow@yandex.ru, ²Sklizkovivan99@gmail.com, ³vafinrk@mail.ru, ⁴ramazanovkn@gmail.com, ⁵rost9n007@yandex.ru, ⁶zim_dan_sh@mail.ru.

Language: Russian.

- Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa University of Science and Technology), vol. 27, no. 4 (102), pp. 133-143, 2023. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).
- **Abstract:** In this paper, the effect of ion-plasma nitriding (IPA) on the microhardness and structure of tool steels is investigated. Samples of HSS M2 and P18 steels, quenched at 1300°C and then tempered three times at 550°C, were used for the study. The IPA was carried out in a gas mixture consisting of 50% argon, 35% nitrogen and 15% hydrogen at a pressure of 250 Pa and a surface temperature of 400°C, 500°C and 600°C for 3h, 6h and 9h, 9 h. It was found that the highest surface hardness of 1600 HV for HSS M2 steel specimens and 1500 HV for P18 steel specimens were observed after IPA in TR at 500°C for 9 h. The maximum hardened layer depth of 120 μm for HSS M2 specimen and 100 μm for P18 specimen were observed after treatment at the same temperature for 6 and 9 hours.

Key words: tool steel, ion-plasma nitriding, glow discharge, micro-hardness, microstructure

About authors:

- MAMONTOV Daniil Valeryevich, postgraduate student of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology", Master's degree in design and technological support of mechanical engineering (2022, FGBOU VO "UGATU").
- SKLIZKOV Ivan Dmitrievich, postgraduate student of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology", Master's degree in design and technological support of mechanical engineering (2022, FGBOU VO "UGATU").
- VAFIN Ruslan Karimovich, Ph.D. of Engineering Sciences, Associate Professor of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology".
- RAMAZANOV Kamil Nurullaevich, Holder of an Advanced Doctorate in Engineering Sciences, Professor, Head of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology".
- **FASKHETDINOV Rostislav Raisovich**, 4th year student of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology".
- **ZIMASOV Danir Shamilovich**, 4th year student of the Department of Mechanical Engineering Technology, FGBOU VO "Ufa University of Science and Technology".