

ПОВЕРХНЕВЕ ЗМІЦНЕННЯ ШВИДКОРІЗАЛЬНОЇ СТАЛІ HS6-5-2 ПІД ЧАС ХІМІКО-ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ

М. ПАШЕЧКО¹, Й. ЮЗВИК¹, К. ДЗЄДЗИЦ¹, М. КАРОЛЮС², І. УСИДУС³

¹ Люблінський політехнічний інститут, Польща;

² Інститут матеріалознавства, Сілезький політехнічний інститут, Хожув, Польща;

³ Державне вище професійне училище, Хелм, Польща

Досліджено фізико-механічні властивості сталі HS6-5-2 після азотування, карбонітрування і карбонітрування з оксидуванням. Для поверхневого зміцнення використано сучасний екологічний метод Zero Flow. Застосовано однокомпонентну атмосферу для азотування NH₃. Температура реалізованих процесів знаходилася в діапазоні до 570°C. Здійснено фазовий аналіз сталі після різних хіміко-термічних обробок, досліджено поверхневу твердість, розподіл твердості у поперечному перерізі поверхневих зміцнених шарів. Товщина зміцнених шарів після карбонітрування з оксидуванням становила 0,142 mm, після азотування – 0,325 mm. Отримані результати досліджень вказують на суттєве підвищення твердості поверхневого шару.

Ключові слова: *поверхневий шар, азотування, сталь, карбонітрування, структура.*

Формування властивостей поверхневих шарів за допомогою різних обробок є основним методом отримання матеріалів із заданими експлуатаційними характеристиками [1]. У промислових умовах для зміцнення поверхневого шару найчастіше використовують хіміко-термічну обробку. Її застосовують для зміцнення конструкційних елементів таких, як шестерні, колінчаті вали, поршневі кільця та інструменти (свердла, різьбонакатні плашки, матриці тощо) [2].

Для промислових підприємств актуальним завданням є збільшення довговічності різних типів інструментів. Прикладами можуть бути різальні інструменти або промислові ножі, які використовують для подрібнення автомобільних шин [3].

Одним з методів поверхневого зміцнення є модифікація поверхневого шару шляхом азотування (наприклад, за допомогою методу Zero Flow). Zero Flow є сучасним екологічним і менш вартісним методом порівняно із традиційним азотуванням [4]. Найчастіше використовують такі технології: азотування в тліючому розряді, регульоване газове азотування і азотування за допомогою псевдозрідженого шару [5]. Для газового азотування найчастіше застосовували регульовані двокомпонентні дисоційовані атмосфери NH₃+NH₃ та NH₃+N₂ [6]. Метод Zero Flow полягає у можливості контрольованого азотування з використанням однокомпонентної атмосфери у вигляді аміаку NH₃ [7]. Піонером цього методу є проф. Л. Малдзінські [4, 7, 8]. Переваги методу Zero Flow – це мінімальна витрата робочих газів і спрощена газова установка, що знижує експлуатаційні затрати. Азотування методом Zero Flow для зміцнення поверхневих шарів інструментів дає змогу підвищити їх термін служби і зменшити вартість поверхневої обробки [8]. Азотування також є попередньою обробкою для отримання градієнтних покриттів. На поверхнях інструментальної та швидкорізальної сталей найчастіше намагаються отримати дифузійний шар азотуванням без зовнішнього шару нітридів заліза. Товщина такого шару зазвичай становить до 0,3 mm [9].

У багатьох науково-дослідних і промислових установах здійснюють азотування [4–15]. Основним напрямком досліджень є отримання шарів із заданою структурою за економічної обробки таким процесом [10–12].

Нижче подані результати досліджень зміцнення поверхневого шару швидкорізальної сталі HS6-5-2 з використанням контрольованого газового середовища методом Zero Flow.

Матеріали та методи досліджень. Матеріалом для дослідження була сталь HS6-5-2 (еквівалент за ГОСТ Р6М5, стандартом PN SW7M). Це швидкорізальна сталь, яку використовують для виготовлення інструментів і деталей машин, які піддаються динамічному навантаженню і працюють за підвищених температур. Хімічний склад сталі HS6-5-2 наведений у табл. 1.

Таблиця 1. Хімічний склад сталі HS6-5-2 (mass%)

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	W	S	P
0,82	Макс.	Макс.	3,5	4,5	Макс.	1,7	6	Макс.	Макс.
0,92	0,5	0,4	4,5	5,5	0,4	2,1	7	0,03	0,03

Для зміцнення поверхневого шару сталі HS6-5-2 використовують різні методи інженерії поверхні, а саме: азотування, карбонітрування і карбонітрування з оксидуванням. Зразки для досліджень попередньо очищали в ацетоні. Використовували промислові печі для азотування методом Zero Flow компанії Seco/Warwick з комп'ютерним управлінням технологічними параметрами такими, як тривалість процесу, атмосфера, температура і азотний потенціал. Контролювали і записували параметри процесу на кожному з його етапів. Регулювали хімічний склад атмосфери азотування періодичним відкриванням і перекриванням подачі аміаку NH_3 у реторту (регулювання азотного потенціалу). Температура реалізованих процесів знаходилася в межах до 570°C . Азотування, карбонітрування, карбонітрування з оксидуванням здійснено в Центрі інженерних досліджень Інституту технічних наук і авіації Державного вищого професійного училища в Хелмі (Польща).

Досліджували фазовий склад, мікроструктуру, поверхневу твердість і розподіл твердості за перерізом поверхневих зміцнених шарів. Фазовий склад зміцнених шарів визначали дифрактометром Empyrean PANalytical ($\text{CuK}_\alpha = 1,5418 \text{ \AA}$), кристалографічної бази даних ICDD (PDF-4+2015) і програми High Score Plus PANalytical. Для вимірювання твердості використовували установку Wolpert-Wilson Tukon 2500 та метод Вікерса, навантаження становило 10 N (HV_{10}) та 30 N (HV_{30}). Використовували середні значення, отримані з 30 вимірювань на поверхні досліджуваного зразка після відповідної хіміко-термічної обробки (азотування, карбонітрування і карбонітрування з оксидуванням). Розподіл твердості по перерізу поверхневих шарів вимірювали за навантаження 0,5 N ($\text{HV}_{0,5}$). Дослідження твердості повторювали п'ять разів. Для мікроструктурних досліджень використовували оптичний металографічний мікроскоп Nikon Eclipse E100. Товщину шарів вивчали на зрізах зразків. Зразки фіксували в епоксидній смолі, шліфували і полірували, а потім травили 2% ніталем.

Результати та їх обговорення. Регулювали кінетику формування товщини зміцнених шарів за допомогою параметрів процесу. Сталь HS6-5-2 азотували, карбонітрували і карбонітрували з подальшим оксидуванням відповідно до параметрів, поданих в табл. 2 (температура процесу, час і азотний потенціал N_p). Запрограмований час обробки для азотування – 7,35 h, для карбонітрування – 8,35 h і для карбонітрування з оксидуванням – 9,47 h. Повна тривалість процесу (підігрів, витримка у повітрі, в азоті, азотування, промивка азотом та охолодження)

більша і становила відповідно 14 h для азотування, 18 h для карбонітрування і 15 h для карбонітрування з оксидуванням.

Металографічним аналізом (рис. 1) не виявлено поверхневого шару нітридів заліза (т.зв. “білого шару”), товщина якого найчастіше становить кілька мікрометрів. Цей шар характеризується високою крихкістю і знижує міцність азотованих деталей машин, які працюють в умовах динамічних навантажень.

Таблиця 2. Параметри регульованого газового азотування, карбонітрування і карбонітрування з оксидуванням методом Zero Flow

№ з/п	Процес	Азотування			Карбонітрування			Карбонітрування з оксидуванням		
		T, °C	τ, min	N _p	T, °C	τ, min	N _p	T, °C	τ, min	N _p
1	Підігрів на повітрі	360	30	–	400	30	–	400	30	–
2	Промивка азотом з нагрівом	360	60	–	400	60	–	400	60	–
3	Промивка аміаком з нагрівом	490	60	–	490	60	–	490	60	–
4	Газове азотування	490	120	50	490	60	12	490	60	12
5	Газове азотування	570	180	2	570	300	1	570	300	1
6	Промивка азотом з нагрівом	–	–	–	–	–	–	520	30	–
7	Оксидування водою	–	–	–	–	–	–	520	2	–
8	Оксидування водою	–	–	–	–	–	–	520	40	–
9	Промивка азотом	20	–	–	520	–	–	520	–	–
10	Охолодження з надувом	75	5	–	85	5	–	85	5	–
11	Кінець циклу	–	–	–	–	–	–	–	–	–

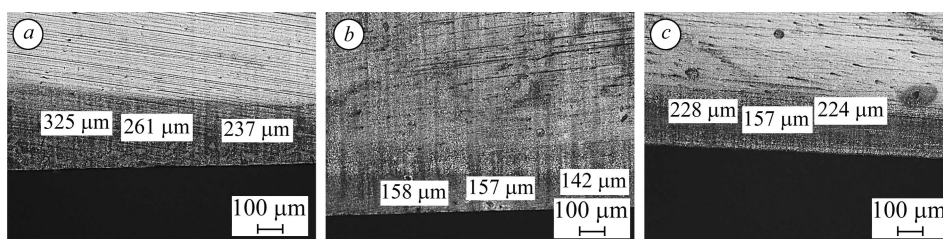


Рис. 1. Мікроструктура отриманих поверхневих шарів на сталі HS6-5-2 після азотування (a), карбонітрування (b) і карбонітрування з оксидуванням (c).

Fig. 1. Microstructure of the obtained layers on steel HS6-5-2 after nitriding (a), carbonitriding (b) and carbonitriding with oxidation (c).

Результати фазового аналізу подані в табл. 3 і на рис. 2. Основними фазами в поверхневих зміцнених шарах сталі є Fe₃N, Fe₄N і Fe₃O₄. Здійснили кількісний фазовий аналіз і визначили розміри кристалітів ідентифікованих фаз за допомогою програми High Score Plus PANalytical і методу Рітвельда [16, 17].

Таблиця 3. Результати фазового аналізу досліджуваних матеріалів

Фаза	Азотування		Карбонітрування		Карбонітрування з окисдуванням	
	Кількість фази, mass%	Розмір кристалітів, Å	Кількість фази, mass%	Розмір кристалітів, Å	Кількість фази, mass%	Розмір кристалітів, Å
Fe ₃ N	95	> 1000	95	> 1000	6	680
Fe ₄ N	3	488	2	690	4	708
Fe ₃ O ₄	2	650	3	329	90	> 1000

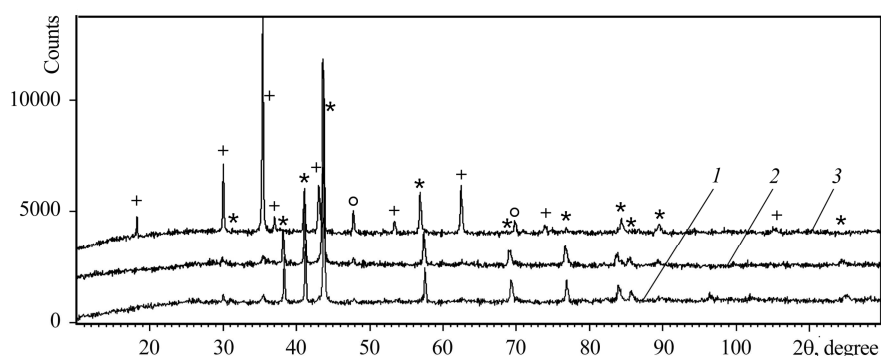


Рис. 2. Дифрактограми досліджуваних зразків сталі HS6-5-2 після азотування (1), карбонітрування (2) і карбонітрування з окисдуванням (3): ★ – Fe₃N; ○ – Fe₄N; + – Fe₃O₄.

Fig. 2. XRD patterns of all tested samples HS6-5-2 steel after nitriding (1), carbonitriding (2) and carbonitriding with oxidation processes (3): ★ – Fe₃N; ○ – Fe₄N; + – Fe₃O₄.

Після карбонітрування поверхнева твердість HV₁ сталі найбільша (1027 HV₁). Сталь після карбонітрування з окисдуванням мала несуттєво нижчу поверхневу твердість – 1018 HV₁. Найменшу поверхневу твердість отримали після азотування сталі – 973 HV₁. Аналогічно формувався показник поверхневої твердості HV₃₀. Після карбонітрування твердість становила 813 HV₃₀, карбонітрування з окисдуванням – 795 HV₃₀ і після азотування – 783 HV₃₀. Отримані результати підтверджують суттєве поверхневе зміцнення сталі (рис. 3).

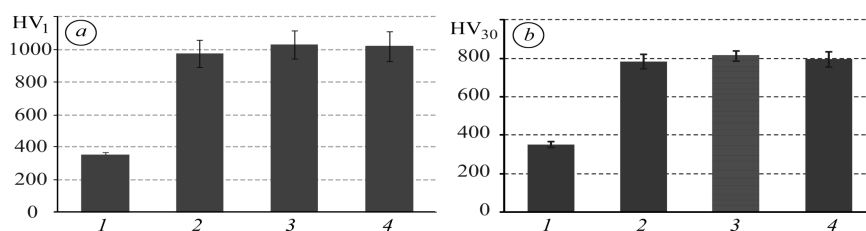


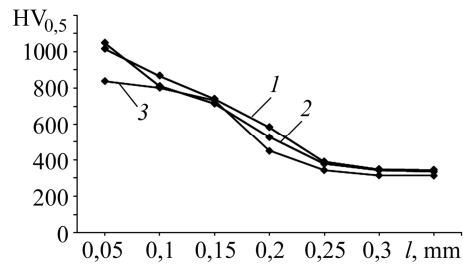
Рис. 3. Поверхнева твердість HV₁ (a) і HV₃₀ (b) сталі HS6-5-2: 1 – без обробки; 2 – після азотування; 3 – після карбонітрування; 4 – після карбонітрування з окисдуванням.

Fig. 3. Surface hardness HV₁ (a) and HV₃₀ (b) of steel HS6-5-2: 1 – without treatment; 2 – after nitriding; 3 – after carbonitriding; 4 – after carbonitriding with oxidation processes.

Мікротвердість одержаних поверхневих шарів знижується від поверхні вглиб зразка (рис. 4). Твердість серцевини досліджуваних зразків сталі HS6-5-2 в середньому становила 350 HV_{0,5}.

Рис. 4. Зміна мікротвердості по глибині сталі HS6-5-2: 1 – після азотування; 2 – карбонітрування; 3 – карбонітрування з оксидуванням.

Fig. 4. Hardness distribution in depth on steel HS6-5-2: 1 – after nitriding; 2 – carbonitriding; 3 – carbonitriding with oxidation processes.



Товщина всіх отриманих дифузійних шарів знаходилася в межах 0,142...0,325 mm. Твердість на глибині 0,05 mm є найвищою для шару після карбонітрування і становить 1048 HV_{0,5}, для азотованого шару – 1015 HV_{0,5}. Найнижче значення отримали для карбонітрованого шару з оксидуванням (838 HV_{0,5}).

Найбільшу товщину шару 0,237...0,325 mm отримали після азотування. Після карбонітрування товщина шару становить 0,142...0,158 mm. Найменша товщина дифузійного шару після карбонітрування з оксидуванням (0,157...0,228 mm).

ВИСНОВКИ

Показано можливість зміцнення поверхневого шару швидкорізальної сталі HS6-5-2 в результаті азотування, карбонітрування і карбонітрування з оксидуванням методом Zero Flow. Після цих процесів на поверхні сталі HS6-5-2 формуються нітридні та оксидні фази Fe₃N, Fe₄N і Fe₃O₄. Встановлено, що після азотування і карбонітрування фазовий склад поверхневих шарів сталі ідентичний, а карбонітрування з оксидуванням сталі дає можливість одержати більшу кількість фази Fe₃O₄ (90 mass%). Поверхнева твердість сталі HS6-5-2 HV₁ найвища для карбонітрованого шару – 1027 HV₁, після карбонітрування з оксидуванням вона дорівнює 1018 HV₁, а за азотування – 973 HV₁. Поверхнева твердість HV₃₀ становила відповідно для карбонітрованого шару 813 HV₃₀, карбонітрованого з оксидуванням – 795 HV₃₀, азотованого – 783 HV₃₀. Товщина отриманих зміцнених шарів становила 0,142...0,325 mm залежно від процесу поверхневого зміцнення сталі HS6-5-2. Найбільшу товщину зміцненого шару (0,237...0,325 mm) отримано після азотування. Карбонітрування дає можливість одержати шари товщиною 0,142...0,158 mm. Найменша товщина зміцненого шару після карбонітрування з оксидуванням (0,157 mm).

РЕЗЮМЕ. Исследованы физико-механические свойства стали HS6-5-2 после азотирования, карбонитрирования и карбонитрирования с оксидированием. Для поверхностного упрочнения использован современный экологический метод Zero Flow. Применено однокомпонентную атмосферу для азотирования NH₃. Температура реализованных процессов находилась в диапазоне до 570°C. Проведен фазовый анализ стали после различных химико-термических обработок, исследовано поверхностную твердость, распределение твердости по сечению поверхностных упрочненных слоев. Толщина упрочненных слоев после карбонитрирования с оксидированием составила 0,142 mm, после азотирования – 0,325 mm. Полученные результаты исследований указывают на значительное повышение твердости поверхностного слоя.

SUMMARY. The paper presents the results of physical and mechanical properties of steel HS6-5-2 after nitriding, carbonitriding and carbonitriding with oxidation process. Modern and ecological method Zero Flow was used. Applied mono-nitriding atmosphere of ammonia NH₃. The temperature of the processes up to 570°C. After nitriding surface of the phase, surface hardness, hardness distribution in depth and the microstructure were tested. As a result of nitriding, carbonitriding and carbonitriding with oxidation process achieved diffusion layers on steel HS6-5-2. A thickness ranged from 0.147 mm for carbonitriding with oxidation layer to 0.325 mm for nitriding layer. The results of surface hardness show hardening of the surface layer. The main phases detected in the studied materials are Fe₃N, Fe₄N and Fe₃O₄. Nitriding and carboni-

triding processes lead almost to the same results in contrast to the carbonitriding with oxidation process which causes presence of greater amount of the Fe_3O_4 phase.

1. *Burakowski T., Wierzchoń T.* Inżynieria powierzchni metali. – Warszawa: WNT, 1995. – 280 p.
2. *Blicharski M.* Inżynieria Powierzchni. – Warszawa: WNT, 2009. – 246 p.
3. *Pashechko M., Dziedzic K., and Barszcz M.* Study of the structure and properties of wear-resistant eutectic Fe–Mn–C–B–Si–Ni–Cr coatings // Powder metallurgy and metal ceramics. – 2013. – **52**, № 7–8. – P. 469–476.
4. *Przemysłowe zastosowania azotowania gazowego metodą ZeroFlow / L. Małdziński, J. Tacikowski, M. Bazel, M. Korecki, A. Miliszewski, T. Przygoński // Inżynieria Powierzchni. – 2010. – № 3. – P. 48–53.*
5. *Frączek T., Jaśiński J., Jeziorski L.* Kształtowanie struktury i własności stali 41CrAlMo7-10 w procesie azotowania jarzeniowego w porównaniu z azotowaniem gazowym i fluidalnym // Inżynieria materiałowa. – 2010. – № 4. – P. 953–956.
6. *Michalski J.* Charakterystyki i obliczenia atmosfer do regulowanego azotowania gazowego stali. – Warszawa: Wydawnictwo Instytutu Mechaniki Precyzyjnej, 2011. – 120 p.
7. *Małdziński L., Tacikowski J.* Regulowane azotowanie gazowe z oszczędnym wykorzystaniem amoniaku // Inżynieria Powierzchni. – 2006. – № 4. – P. 9–21.
8. *New possibilities of controlling the gas nitriding process by utilizing simulation of growth kinetics of nitride layer / L. Małdziński, W. Liliental, G. Tymowski, J. Tacikowski // Surface Eng. – 1999. – **15**, № 5. – P. 377–384.*
9. *Zyśk J.* Rozwój azotowania gazowego stopów żelaza. – Warszawa: Wydawnictwo Instytutu Mechaniki Precyzyjnej, 2008. – 204 p.
10. *Azotowanie gazowe stali stopowych z i bez przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza / J. Michalski, J. Tacikowski, P. Wach, J. Ratajski, G. Mońka, A. Nakonieczny // Inżynieria materiałowa. – 2010. – № 4. – P. 1100–1103.*
11. *Gazowe azotowanie i jego odmiany w przemysłowych zastosowaniach / P. Wach, J. Michalski, J. Tacikowski, S. Kowalski, M. Betiuk // Inżynieria materiałowa. – 2008. – № 6. – P. 808–811.*
12. *Józwiki J., Dziedzic K., Usydus I., Raos P., Krolczyk G. M..* HS 6-5-2 steel surface layer development in carbonitriding with Zeroflow method// Technical gazette. – 2016. № 5. – P. 1405–1409.
13. *Погрелюк І. М., Шейкін С. Є., Єфросінін Д. В.* Поверхнєве зміцнення титану VT1-0 за термодифузійного насичення азотом у діапазоні температур 650...750°C // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2014. – **50**, № 1. – С. 67–75.
14. *Pohrelyuk I. M., Sheikin S. E., and Efrosinin D. V.* Surface hardening of VT1-0 titanium in the course of thermodiffusion saturation with nitrogen within the temperature range 650–750°C // Materials Science. – 2014. – **50**, № 1. – P. 70–79.
15. *Погрелюк І. М., Кіндрачук М. В., Лаврись С. М.* Зносотривкість титанового сплаву VT22 після азотування, суміщеного з термічною обробкою // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2016. – № 1. – С. 56–60.
16. *Young R. A.* The Rietveld Method. – Oxford: University Press, 1993. – 298 p.
17. *Karolus M.* Applications of Rietveld refinement in Fe–B–Nb alloy structure studies // J. of Materials Processing Technology. – 2006. – **175**. – P. 246–250.

Одержано 19.01.2015