М.К. Скаков¹, Б.К. Рахадилов^{2*}, Г.С. Карипбаева², А.Б. Манапбаева³

¹Национальный ядерный центр Республики Казахстан, г. Курчатов ²Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д.Серикбаева, Республика Казахстан, г. Усть-Каменогорск ³Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Республика Казахстан, г. Алматы ^{*}E-mail: bor1988@mail.ru

Структурно-фазовое состояние быстрорежущей стали P6M5 после термической обработки

В данной работе методами растровой электронной микроскопии, EBSD-анализа и PCA исследованы микроструктура, морфология, элементный состав, фазовый состав и кристаллическая структура образцов стали P6M5после стандартной термической обработки. Показано, что микроструктура стали P6M5 после закалки и трехкратного отпуска состоит из отпущенного мартенсита и твердых карбидов типа M_6C и MC сферической формы. Определены объемная доля карбидов и их распределение. Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что основными карбидами в исследуемой стали после термообработки являются карбиды M_6C и MC, которые имеют сложную ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу Fd3m. Определено, что карбиды являются однородными и монокристаллическими. Методом ESBD анализа с поддержкой рентгеноструктурного анализа установлено, что светлые карбиды сферической формы M_6C соответствуют составу Fe₃W₃C, а серые карбиды сферической формы MC соответствуют составу VC.

Ключевые слова: фазовый состав, структура, быстрорежущая сталь, карбид.

M.K. Skakov, B.K. Rakhadilov, G.S. Karipbayeva, A.B. Manapbayeva Structural-phase state of R6M5 high-speed steel after thermal processing

In this work by scanning electron microscopy, EBSD-analysis and X-ray structure analysis investigate microstructure, morphology, elemental composition, phase composition and crystal structure of R6M5 steelafter standard thermal treatment. It is shown that the microstructure of the steel R6M5 after hardening and three-time tempering consists of tempered martensite and solid carbide M6C-type and MC spherical shape. Volume fraction of carbides and their distributiondefined. The main carbides in the study of steel after heat treatment – M6C and MS carbides who have a complex FCC lattice and space group Fd3m has established by X-ray structural analysis method. Carbides are homogeneous and single crystal. ESBD-analysis method with the support of X-ray structural analysis has established that the bright carbides spherical shape M6C correspond to the composition Fe₃W₃C, and gray carbides spherical shape MC correspond to the composition of the VC.

Keywords: phase composition, structure, high speed steel, carbide.

М.К. Сқаков, Б.К. Рахадилов, Г.С. Карипбаева, А.Б. Манапбаева Термиялық өңдеуден кейінгі Р6М5 жылдамкескіш болатының құрылымдық-фазалық күйі

Бұл жұмыста растрлық электрондық микроскопия, EBSD және РҚТ әдістерімен стандарттық термиялық өңдеуден кейінгі Р6М5 болаты үлгісінің микроқұрылымы, морфологиясы, элементтік құрамы, фазалық құрамы және кристалдық құрылымы зерттелді. Шынықтыру және үш мәрте босатудан кейінгі Р6М5 болатының микроқұрылымы босатылған мартенсит пен сфера пішінді М₆С және МС қатты карбидтерден тұратндығы көрсетілген. Карбидтердің көлемдікүлесі мен таралуы анықталған. Рентгендік құрылымдық талдау әдісімен термоөңдеуден кейін зерттеліп отырған болаттағы негізгі карбидтер күрделі ГЦК кристалдық торға және Fd3m кеңістіктік топқа ие M₆C және MC карбидтері болып табылатыны анықталды. Карбидтер біртекті және монокристалдық екендігі анықталды. Рентгендік құрылымдық талдау әдісінің қолдауымен ESBD талдау әдісімен сфералық формадағы M₆C ашық карбиді Fe₃W₃C құрамына сәйкес келетіндігі, ал сфералық формадағы MC сұр карбиді VC құрамына сәйкес келетіндігі

Түйін сөздер: фазалық құрам, құрылым, жылдамкескіш болат, карбид.

53

Введение

Высокие режущие свойства быстрорежущих сталей (высокая теплостойкость при наличии высокой твердости и износостойкости) достигаются посредством специального легирования и сложной термической обработки, обеспечивающих определенный фазовый состав [1-3]. Основными легирующими элементами быстрорежущих сталей являются углерод, вольфрам, молибден, ванадий и хром. Данные элементы в определенных температурно-временных условиях формируют в стали частицы карбидной фазы, которые являются упрочняющей фазой материала [4]. Отпуск после закалки в пределах температур, установленных режущих инструментов, приводит к для снижению содержания углерода в мартенсите и образованию ультрамикроскопических карбидов [5]. Эти карбиды играют важную роль в механических свойствах стали, в том числе в твердости, износостойкости и теплостойкости [6]. Как известно, анализ микроструктуры стали после закалки с последующим отпуском

позволяет оценивать ее свойства в условиях эксплуатации. В настоящее время разработано большое число концепций, выявлен целый ряд закономерностей, связывающих микроструктуру материала с его физическими и механическими свойствами. Тем не менее, особенности карбидных фаз, которые играют важную роль в механических свойствах быстрорежущей стали Р6М5 мало изучены. Поэтому исследования микроструктуры быстрорежущей стали и еекарбидных фаз является весьма важной задачей.

В связи с вышеизложенным, целью настоящей работы является исследование микроструктуры и фазового состава быстрорежущей стали P6M5, подвергнутой стандартной термической обработке.

Материалы и методы исследования

В качестве исследуемого материала использовалась быстрорежущая сталь P6M5. Химический состав исследуемой стали приведен в таблице 1.

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

С	Si	Mn	Ni	S	Р	Cr	Мо	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

Заготовки образцов стали для исследований в виде параллелепипедов с размерами 10×30×30 мм³ вырезали из прутков стали P6M5 в состоянии поставки. Затем заготовки подвергали стандартной для этой стали термообработке: закалке от 1230°С в масле и последующему трехкратному отпуску при 560°С (длительность каждого отпуска 1 ч, охлаждение в воздухе) [7].

Микроструктуру термообработанной стали изучали с помощью светового микроскопа «ALTAMI-MET-1M». 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 дифрактометреХ'PertPro в CuK_{α}-излучении, используя шаг размером 0.02° и время шага 0,2 с. Рентгеновская дифракция была выполнена при напряжении трубки 40 кВ и тока 40 мА. Изучение фазовогосостава карбидных частиц проводили методом EBSD-анализа (дифракция обратно-отраженных электронов) на системе с электронным и сфокусированным ионными пучками Quanta 200 3D. Перед исследованием образцы стали были отшлифованы и отполированы. Для выявления границ зерен и частиц карбидных фаз было применено химическое травление шлифов в 4% спиртовом растворе азотной кислоты (время травления 5-7 с.).

Результаты исследований и их обсуждение

Микроструктура стали P6M5 после закалки и трехкратного отпуска, состоит из пластинчатого мартенсита отпуска и специальных карбидов (рисунок 1, а). Частицы карбидов равномерно распределены в матрице и близки к правильной сферической форме диаметром менее 3 мкм. На рисунке 1 (б) показана микро-

структура, полученная с вторично-электронного (ВЭ) детектора, а на рисунке 1 (в) показана микроструктура, полученная с помощью детектора обратного рассеяния (ОР). Два типа карбидов быливидны в режиме обратного рассеяния: очень яркие цвета карбидов, содержащие элементы выше атомного числа и серые карбиды, содержащие элементы ниже атомного числа. Хорошо видно, что основной фазой является мартенсит и что карбидные частицы округлые занимают значительную часть объема. Используя для анализа изображений программное обеспечение, объемная доля каждой фракции оценивалась с погрешностью измерений 10.4±0.6% и 2,3±0.4% – для светлых и серых карбидов, соответственно. По данным статистического анализа, размеры частиц светлых карбидов в микроструктуре стали Р6М5 составляют 0,4-3 мкм, а размеры частиц серых карбидов

составляют 0,5-1,1 мкм. Матрица состоит из мартенсита отпуска. Не наблюдалось остаточного аустенита в матрице. Предварительная оценка была подтверждена методом рентгеноструктурного анализа (XRD).

Для выявления состава карбидов и их распределения была получена карта распределения легирующих элементов в структуре стали. Общий характер распределения легирующих элементов в структуре стали P6M5 показан на рисунке 2. Видно, что светлые сферические карбиды обогащены вольфрамом и молибденом, а серые ванадием. Следует иметь в виду, что V, W, Мо и Сг являются карбидообразующими элементами. Иными словами, карбиды этих металлов обладают большой энергией связи и устойчивостью [8]. Именно поэтому большая часть легирующих элементов замещения находится в карбидах, а не в твердом растворе.



Рисунок 1 – Микроструктура поверхности стали P6M5: а – изображение по световому микроскопу, б – изображение по вторичным электронам, в – изображение по обратно рассеянным электронам



Рисунок 2 – Микроструктура поверхности и карта распределения леггирующих элеементов ст. л и Р6М5

определения элементного состава Для частиц выделяющихся карбидов и матрицы (мартенсита) был проведен микрозондовый анализ (рисунок 3). В таблице 2 приведены содержания легирующих элементов в карбидах и матрице. Как известно [9], основными легирующими элементами быстрорежущей стали Р6М5 являются вольфрам, молибден, ванадий и хром. Эти элементы образуют в стали специальные карбиды: М₆С на основе вольфрама и молибдена, МС на основе ванадия и М₂₃С₆ на основе хрома. Результаты микрозонодового анализа показывают, что в структуре стали присутствуют карбиды М₆С и МС и отсутствует карбиды M₂₃C₆ (таблица 2). В некоторых работах [10,11] высказываются, что после стандартной термической обработки в структуре стали Р6М5 присутствуют только частицы карбида типа М₆С. По-видимому, это связано с малой объемной доли частиц карбидов типа МС и схожестью этих частиц с матрицей, что не позволяет обнаружить их. Кроме того примененные в этих работах методы имеют ограничения при обнаружении карбидных частиц с малой концентрацией. Поэтому в данной работе применены специальные методы растровой электронной микроскопии.

Предполагаемая конфигурация карбида М₆С находится между формулами Fe₃(W,Mo)₃C – Fe₃(W,Mo)₂C [12]. Иными словами, наряду с атомами вольфрама и молибдена в карбиде М₆С может находиться до 2/3 атомов железа от общего числа металлических атомов. Помимо этого, могут растворяться атомы хрома и ванадия, которые замещают атомы железа. По результатам микрозондового анализа можно предполагать, что серыми карбидными частицами являются карбиды МС на основе ванадия.



Рисунок 3 – Спектры характеристического излучения для светлой карбидной частицы (а), темной карбидной частицы (б) и мартенситной матрицы стали P6M5 (в)

C	Содержание элементов, % (масс.)					
Структурные составляющие	V	Cr	Fe	Мо	W	
Светлые карбиды	3.42	3.31	30.86	26.05	36.37	
Темные карбиды	26.47	4.45	30.82	16.62	21.64	
Мартенсит	1.33	4.62	84.51	4.25	5.30	

На рисунке 4 представлена дифрактограмма стали P6M5. Рентгеноструктурный анализ показал, что после термообработки в структуре стали P6M5 присутствует α -фаза и карбиды M₆C, MC. В α -фазе могут быть растворены все легирующие элементы, введенные в сталь. В таблице 3 приведены результаты обработки данных рентгеноструктурного анализа стали P6M5. Из таблицы видно, что параметр кристаллической решетки α -фазы в стали P6M5 равен 0,2867±0,00003 нм, в то время как у чистого железа – 0,2866±0,00004 нм. Такое сопоставление показывает, что в α-фазе стали P6M5 присутствует некоторое количество легирующих элементов, в частности хрома и ванадия.

Таким образом, рентгеноструктурный анализ подтвердил, что основными карбидами в исследуемой стали являются карбиды M₆C и MC. Определено, что карбиды M₆C и MC

56

имеют сложную ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу Fd3m.На рисунке 5 представлены элементарные ячейки обнаруженных фаз. Определили, что карбидом типа M_6C является Fe₃W₃C и карбидом типа MC являетсяVC (рисунок 4). При этом следует иметь в виду, что карбид типа M_6C может иметь форму как Fe_3W_3C , так и Mo_3W_3C . Тем не менее, из данных микрозондового анализа и рентгеноструктурного анализа можно предполагать, что карбидом типа M_6C является фаза Fe_3W_3C . Чтобы подтвердить это предположение, нами была определена кристаллическая структура карбидов методом ESBD-анализа.



Рисунок 4 – Дифрактограмма стали Р6М5 после термической обработки

Обнаруженные фазы	Содержание фаз,	Параметры решетки,	Размеры ОКР, нм	$\Delta d/d*10^{-3}$
	00.70	11111		
α-Fe	74,2	a=0,2866±0,00003	11,73 (все реф.)	4,865
Fe ₃ W ₃ C	12,77	a= 1,1087±0,00004	16,72 (все реф.)	0,006
VC	13,03	a=0,4165±0,00004	19,26 (100)	1,328



Рисунок 5 – Элементарная ячейка обнаруженных фаз: a – α-Fe, б – Fe₃W₃C, в – VC

ESBD-анализ показал, что богатые вольфрамом карбиды наиболее оптимально сочетаются с кубической фазой Fe_3W_3C . Однако, стоит отметить, что в этом случае Fe_3W_3C может также означать, что другие карбидообразующие элементы присутствуют в форме M_6C карбидов. Как известно, одно из преимуществ рентгеноструктурного анализа (XRD) заключается в том, что позиция пика и пара-

метры решетки могут быть достаточно точно определены. В данном случае, при изучении отдельных карбидов необходимо применить ESBD-анализ с поддержкой рентгеноструктурного анализа. На рисунке 6 показаны результаты ESBD-анализа. Результаты ESBDанализа подтвердили, что карбидам типа M₆C соответствует фаза Fe₃W₃C, а карбидом типа MC соответствует фазаVC.



Рисунок 6 – Результаты ESBD – анализа стали P6M5

Таким образом, мы охарактеризовали все карбидные фазы в быстрорежущей стали Р6М5 после термообработки. Эти исследования является практически значимым, потому что механические свойства быстрорежущей стали в значительной степени определяются структурой, формой, размером, распределением карбидов и их долей в объеме. Предполагается, что одной из главных причин повышения твердости и износостойкости материала после стандартной термической обработки является образование мелких карбидов типа M₆C и MC.

Выводы

Анализируя полученные в работе результаты, можно сделать следующие выводы:

1. Определено, что микроструктура стали Р6М5 после стандартной термообработки, включающей закалку от 1230°С в масле и последующий трехкратный отпуск при 560°С, состоит из отпущенного мартенсита и твердых карбидов типа M₆C и MC сферической формы диаметром менее 3 мкм.

2. Определено, что объемная доля каждого карбида составила 10.4±0.6% и 2,3±0.4% – для серых и ярких карбидов, соответственно. Размеры частиц светлых карбидов в микроструктуре стали P6M5 составляют 0,4-3 мкм, а размеры частиц серых карбидов составляют 0,5-1,1 мкм.

3. Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что карбидами в исследуемой стали являются карбиды M₆C и MC, которые имеют сложную ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу Fd3m.

4. Методом ESBD анализа с поддержкой рентгеноструктурного анализа установлено, что карбиды сферической формы M_6C соответствуют составу Fe₃W₃C, а карбиды сферической формы MC соответствуют составу VC.

58

References

1 Moiseev V.F., Grigor'ev S.N. Instrumental'nye materialy. Monografija. – M.: IC MGTU «STANKIN», Janus-K, 2004. – 248 s.

2 Gol'dshtejn M.I., Grachev S.V., VekslerJu.G. Special'nyestali. – M.: Metallurgija, 1985. – 408s.

3 Skakov M.K., Rakhadilov B.K., Sheffler M., Modification of structure and properties of steel R6M5 at electrolyte plasma treatment // Advanced Materials Research / Vol.601, 2013 – pp 64-68.

4 Schastlivcev V.M., Mirzaev D.A., Jakovleva I.L. Struktura termicheski obrabotannoj stali. – M.: Metallurgija, 1994. -288 s.

5 Liu ZY, Loh NH, Khor KA, Tor SB. Microstructure evolution during sintering of injection molded M2 high speed steel. Mater SciEng 2000; A293:46–55.

6 Šolić, Sanja; Cajner, Franjo; Leskovšek, Vojteh. Effect of deep cryogenic treatment on mechanical and tribological properties of PM S390 MC high-speed steel. // MP Materials Testing. 2012/10 (2012); 688-693.

7 Artinger I. – Instrumental'nye stali i ih termicheskaja obrabotka. – M., 1982. – 312s.

8 Kremnev L.S. Teorija legirovanija i sozdanie na ee osnove teplostojkih instrumental'nyh stalej i splavov / Metallovedenie i termicheskajaobrabotkametallov №11 (641), 2008

9 Geller Ju.A. Instrumental'nyestali. – M.: Metallurgija, 1983. – 527 s.

10 Guenzel R., Matz W., Yu.F. Ivanov, Rothtein V.P. Pulsed electron-beam treatment of high-speed steel current tools: struchire-phase transformation and wear resistance // 1st International Congress on Radiation Physics, high current electronics, and modification of materials.- Tomsk, Russia, 24-29 sept 2000.- V.3.- P.303-307.

11 Ivanov Yu., Matz W., Rotshtein V., Gunzel R., Shevchenko N. Pulsed electron beams melting of high-speed steel: structural phase transformations and wear resistance // Surface and Coatings Technology. – 2002.- №150.- p. 188-198

12 Gol'dshmidt H.Dzh. Splavy vnedrenija. T.1. – M.: Mir, 1971. – 424s.

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