УДК 539.21

# МОДИФИКАЦИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА И МИКРОТВЕРДОСТИ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ ПРИ КОМБИНИРОВАННОМ ПЛАЗМЕННОМ И ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

## *H. H. ЧЕРЕНДА*<sup>1)</sup>, *B. B. УГЛОВ*<sup>1)</sup>, *A. M. КАШЕВСКИЙ*<sup>1)</sup>, *B. M. АСТАШИНСКИЙ*<sup>2)</sup>, *A. M. КУЗЬМИЦКИЙ*<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь <sup>2)</sup>Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси, ул. П. Бровки, 15, 220072, г. Минск, Беларусь

Исследованы фазовый и элементный составы, микротвердость поверхностного слоя системы NbC – быстрорежущая сталь, подвергнутой комбинированному воздействию компрессионных плазменных потоков и термической обработке. Изучены структура и свойства модифицированного слоя с помощью рентгеноструктурного анализа, растровой электронной микроскопии, энергодисперсионного микроанализа и измерения микротвердости. Установлено, что плазменное воздействие на систему NbC – быстрорежущая сталь приводит к растворению карбидов и формированию нитридов ниобия ε-NbN и β-Nb<sub>2</sub>N. С увеличением значения плотности энергии, поглощенной поверхностью, происходит уменьшение концентрации ниобия в анализируемом слое. Растворение карбидов ведет к снижению величины микротвердости. Последующий отжиг на воздухе при температуре 600 °C в течение 9 ч позволяет увеличить микротвердость в 1,3 раза по сравнению с исходным образцом стали.

*Ключевые слова:* быстрорежущая сталь; компрессионные плазменные потоки; отжиг; структурно-фазовые превращения; микротвердость.

#### Образец цитирования:

Черенда Н. Н., Углов В. В., Кашевский А. М., Асташинский В. М., Кузьмицкий А. М. Модификация фазового состава и микротвердости поверхностного слоя быстрорежущей стали при комбинированном плазменном и термическом воздействии // Журн. Белорус. гос. ун-та. Физика. 2018. № 2. С. 61–70.

#### Авторы:

*Николай Николаевич Черенда* – кандидат физико-математических наук, доцент; доцент кафедры физики твердого тела физического факультета.

Владимир Васильевич Углов – доктор физико-математических наук, профессор; заведующий кафедрой физики твердого тела физического факультета.

*Валентин Миронович Асташинский* – член-корреспондент НАН Беларуси, доктор физико-математических наук; заместитель директора по научной работе.

*Антон Михайлович Кузьмицкий* – кандидат физико-математических наук; старший научный сотрудник лаборатории физики плазменных ускорителей.

#### For citation:

Cherenda N. N., Uglov V. V., Kashevski A. M., Astashynski V. M., Kuzmitski A. M. Modification of high-speed steel phase composition and microhardness by combined plasma and thermal treatment. *J. Belarus. State Univ. Phys.* 2018. No. 2. P. 61–70 (in Russ.).

#### Authors:

*Nikolai N. Cherenda*, PhD (physics and mathematics), docent; associate professor at the department of solid state physics, faculty of physics.

cherenda@bsu.by

*Vladimir V. Uglov*, doctor of science (physics and mathematics), full professor; head of the department of solid state physics, faculty of physics.

uglov@bsu.by

*Alexander M. Kashevski*, engineer at the department of solid state physics, faculty of physics.

kashevskiiam@gmail.com

*Valentin M. Astashynski*, corresponding member of the National Academy of Sciences of Belarus, doctor of science (physics and mathematics); deputy director for research. *ast@hmti.ac.by* 

Anton M. Kuzmitski, PhD (physics and mathematics); senior researcher at the laboratory of plasma accelerators physics. antey@hmti.ac.by

Александр Михайлович Кашевский – инженер кафедры физики твердого тела физического факультета.

## MODIFICATION OF HIGH-SPEED STEEL PHASE COMPOSITION AND MICROHARDNESS BY COMBINED PLASMA AND THERMAL TREATMENT

N. N. CHERENDA<sup>a</sup>, V. V. UGLOV<sup>a</sup>, A. M. KASHEVSKI<sup>a</sup>, V. M. ASTASHYNSKI<sup>b</sup>, A. M. KUZMITSKI<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Belarusian State University, 4 Niezaliežnasci Avenue, Minsk 220030, Belarus <sup>b</sup>Heat and Mass Transfer Institute, National Academy of Sciences of Belarus, 15 P. Broŭki Street, Minsk 220072, Belarus Corresponding author: N. N. Cherenda (cherenda@bsu.by)

Phase and element composition, microhardness of the NbC – high-speed steel system subjected to the combined effect of compression plasma flows impact and heat treatment were investigated in this work. X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy, energy dispersion microanalysis and microhardness measurements were used for investigation of the modified layer structure and properties. The findings showed that the plasma impact on the NbC – high-speed steel system led to carbides dissolution and  $\epsilon$ -NbN and  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N nitrides formation. Growth of the energy absorbed by the surface resulted in niobium concentration decrease in the analyzed layer. Dissolution of carbides was the reason of microhardness diminishing. Subsequent annealing in air during 9 h at the temperature 600 °C led to microhardness increase by a factor of 1.3 compared with the initial steel sample.

Key words: high-speed steel; compression plasma flows; annealing; structural-phase transformations; microhardness.

### Введение

В настоящее время происходит интенсивное развитие и совершенствование методов модификации эксплуатационных характеристик инструментальных сталей, что связано с необходимостью обработки новых материалов с улучшенным комплексом свойств, а также необходимостью повышения времени эксплуатации изготавливаемых инструментов. Среди различных видов стали, применяемых для изготовления режущего инструмента, наилучшими характеристиками (теплостойкостью и высокой твердостью) обладают быстрорежущие стали. Традиционно оптимальной структуры таких сталей, состоящей из карбидов легирующих элементов и мартенсита, как правило, добиваются термообработкой, включающей закалку при температуре 1200–1300 °С и последующий отпуск – при 550–560 °С.

В последние десятилетия получили развитие альтернативные методы упрочнения поверхностного слоя быстрорежущих сталей, основанные на воздействии концентрированными потоками высокоэнергетических частиц. Так, упрочнение стали лазерными и электронными пучками, как и в случае стандартной термообработки, заключается в формировании на этапе нагрева аустенитной структуры и ее последующем превращении в мартенсит на этапе сверхбыстрого охлаждения [1]. Как известно, для быстрорежущих сталей добиться повышения прочностных характеристик в случае такого воздействия можно лишь при оптимальных режимах обработки, обеспечивающих минимальное растворение карбидной фазы [1], или увеличении дисперсности мартенситно-карбидной смеси [2]. Однако обработка потоком частиц большей мощности может приводить к растворению карбидов, формированию легированного остаточного аустенита и уменьшению твердости. Так, высокоэнергетическое воздействие на быстрорежущие стали обусловливает гомогенизацию структуры – растворение карбидов типа Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C (M<sub>6</sub>C) [3–5] и разупрочнение поверхностного слоя.

Несмотря на ухудшение прочностных характеристик поверхностного слоя, такое высокоэнергетическое воздействие может быть использовано как высокотемпературная закалка, обеспечивающая формирование однородной структуры, состоящей преимущественно из высоколегированного аустенита. Последующий отжиг позволяет восстановить структуру и получить более однородное распределение дисперсных карбидов [2; 6], что в целом ведет к повышению эксплуатационных характеристик по сравнению с традиционной термообработкой, которой, как правило, свойственна карбидная неоднородность. В этом направлении перспективным является использование компрессионных плазменных потоков (КПП), характеризующихся относительно бо́льшим временем разряда (~100 мкс) и обеспечивающих длительное время существования расплава и протекание конвективных процессов массопереноса в расплаве [7], что ведет к гомогенизации структуры. Так, в работе [6] показано, что воздействие КПП на быстрорежущую сталь Р18 приводит к растворению в поверхностном слое толщиной до 25 мкм карбидов типа M<sub>6</sub>C и формированию метастабильной фазы γ-Fe, включающей атомы легирующих элементов, относительное содержание которой зависит от плотности поглощенной энергии. При последующем отжиге в течение 3 ч при 600 °C происходит формирование структуры с равноосными дисперсными зернами во всем модифицированном слое и выпадение мелкодисперсных карбидов по границам. Такая структура обеспечивает повышение микротвердости поверхностного слоя до ~12 ГПа.

Цель настоящей работы – использование комбинированной обработки, включающей в себя нанесение покрытия NbC, воздействие компрессионным плазменным потоком и последующий отжиг, для модификации структуры и свойств быстрорежущей стали марки P18. Известно, что воздействие КПП на систему покрытие – подложка в режиме оплавления поверхностного слоя приводит к плавлению покрытия и поверхностного слоя подложки, жидкофазному перемешиванию под действием давления плазменного потока с последующим сверхбыстрым охлаждением [8]. В результате воздействия формируется поверхностный слой толщиной несколько десятков микрометров, легированный элементами покрытия и плазмообразующего газа. Таким образом, в поверхностный слой стали вводится как дополнительный углерод, так и карбидообразующий элемент, которые при последующем отжиге могут привести к повышению прочностных характеристик поверхностного слоя, без легирования всего объема режущего инструмента.

### Методика эксперимента

Объектом исследования являлась быстрорежущая сталь P18 (Fe – 73,9...76,5 мас. %, W – 17,0...18,5, Cr – 3,8...4,4, V – 1,0...1,4, Mo – 1,0, C – 0,7...0,8 мас. %). Модификация структуры и свойств поверхностного слоя проходила следующим образом. На первом этапе на образцы наносили покрытие из карбида ниобия методом вакуумного катодно-дугового осаждения при следующих параметрах процесса: ток горения дуги составлял 190 А, напряжение смещения – 120 В, время нанесения – 10 мин. Данный режим позволяет сформировать покрытие толщиной ~4 мкм. На втором этапе образцы обрабатывались компрессионными плазменными потоками, генерируемыми газоразрядным магнитоплазменным компрессором (МПК) компактной геометрии. В настоящих экспериментах МПК, плазмообразующим веществом которого являлся азот, работал в режиме «остаточного газа», при котором предварительно откачанная вакуумная камера заполнялась рабочим газом до заданного давления 400 Па, длительность разряда составляла 100 мкс. Обработку образцов производили 3 импульсами КПП. Плотность поглощенной энергии *Q* варьировалась в пределах от 13 до 27 Дж/см<sup>2</sup> путем изменения расстояния между образцом и катодом (8–14 см). На третьем этапе образец, обработанный КПП с параметрами Q = 18 Дж/см<sup>2</sup>, подвергался отжигу на воздухе при температуре 600 °C в течение 3–9 ч.

Фазовый состав исследовался методом рентгеноструктурного анализа с помощью дифрактометра Rigaku Ultima IV (Япония) в излучении Cu $K_{\alpha}$  в фокусировке параллельных пучков. Расчетная глубина проникновения рентгеновских лучей составляла 0,7–1,2 мкм в диапазоне углов  $2\theta = 32-101^{\circ}$  с предполагаемым поглощением до 75 % излучения в образце.

Морфология поверхности изучалась методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе LEO 1455 VP (Германия), контраст изображения формировался обратноотраженными электронами. Элементный состав образцов исследовался с помощью энергодисперсионного микроанализатора Oxford Instruments, сопряженного с растровым электронным микроскопом LEO 1455VP. Концентрация элементов определялась в поверхностном слое толщиной <1 мкм при минимальном увеличении. Относительная погрешность определения концентрации элементов не превышала 10 %.

Микротвердость исследуемых образцов измерялась на твердомере ПМТЗ (Россия) в диапазоне нагрузок 50–150 г.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Воздействие КПП на образец системы NbC – сталь в использованном диапазоне режимов обработки приводит к плавлению его поверхностного слоя и последующей кристаллизации в условиях сверхбыстрого охлаждения. На рис. 1 представлены морфология поверхности исходного образца системы и образцов после воздействия КПП. Из рис. 1 видно, что при воздействии компрессионными плазменными потоками происходит растворение фаз, содержащих легирующие элементы с атомным номером большим, чем у железа. Области, включающие растворяющиеся фазы, соответствуют светлым участкам, которые выделяются на изображении из-за элементного контраста, формируемого благодаря использованию датчика отраженных электронов. В этом режиме съемки более светлые области содержат атомы с большей массой, что позволяет визуально судить о распределении элементов в поверхностном слое. Этими фазами могут являться карбиды Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C и нерастворенные в поверхностном слое участки покрытия NbC. Однако в условиях сверхбыстрой кристаллизации слоя процессы диффузии и выравнивания состава полностью пройти не успевают, вследствие чего образуются области с повышенным содержанием более тяжелых легирующих элементов (см. рис. 1, светлые зоны на фотографиях).





Рис. 1. Морфология поверхности  $(a, \delta, c)$  и распределение характеристического рентгеновского излучения Nb и W  $(e, \partial)$  образцов системы NbC – сталь: a – до воздействия КПП;  $\delta$ , e – после воздействия КПП с Q = 13 Дж/см<sup>2</sup>; c,  $\partial$  – после воздействия КПП с Q = 27 Дж/см<sup>2</sup>

*Fig. 1.* Surface morphology (a, b, d) and distribution of Nb and W characteristic X-ray radiation along the line (c, e) in samples of NbC – steel system: a – before the compression plasma flows treatment;

- b, c after the compression plasma flows treatment with  $Q = 13 \text{ J/cm}^2$ ;
- d, e after the compression plasma flows treatment with  $Q = 27 \text{ J/cm}^2$

Увеличение плотности энергии, поглощенной поверхностью, приводит к более равномерному распределению легирующих элементов по исследуемому объему (см. рис. 1,  $\delta$  и c), что подтверждается распределением характеристического рентгеновского излучения Nb и W по линии (см. рис. 1, s и d). Этот эффект обусловлен повышением температуры поверхностного слоя при воздействии плазменных потоков и, соответственно, увеличением времени существования расплава и длительности конвективных потоков в расплаве, выравнивающих концентрацию элементов. Кроме того, на рис. 1,  $\delta$ , наблюдается присутствие трещин, локализованных на светлых участках, содержащих растворяющиеся карбиды. Формирование трещин может быть связано с процессом кристаллизации областей с различными элементным составом и плотностью в условиях сверхбыстрого охлаждения [9].

Элементный анализ (рис. 2) показал, что с увеличением плотности энергии, поглощенной поверхностью, происходит уменьшение концентрации ниобия в легированном слое, что может быть связано с возрастанием толщины проплавленного слоя и перераспределением легирующего элемента по всему проплавленному слою, а также с эрозией материала поверхности при воздействии [8]. Близкие значения концентрации Nb при Q, равном 13 и 18 Дж/см<sup>2</sup>, могут быть обусловлены особенностями конвективного перемешивания при небольших плотностях энергии, приводящих к вытеснению нерастворенных участков покрытия NbC на дно ванны расплава, которая не попадает в область зондирования при элементном анализе.



*Puc. 2.* Зависимость концентрации ниобия в образцах от плотности энергии, поглощенной поверхностью*Fig. 2.* Dependence of niobium concentration in the samples on the energy density absorbed by the surface

Результаты фазового анализа поверхностного слоя до воздействия КПП и после него представлены на рис. 3, из которого видно, что в структуре исходной стали присутствует карбид Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C. После нанесения покрытия на дифракционной картине появляются линии, соответствующие карбиду NbC с гранецентрированной кубической кристаллической решеткой.

Воздействие КПП на образцы системы NbC – сталь в использованном диапазоне режимов приводит к растворению карбида Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C, что согласуется с результатами работ [3-6], а также карбида NbC, что коррелирует с результатами анализа морфологии поверхности и элементного состава (см. рис. 1 и 2). Линии этих карбидов отсутствуют на дифрактограммах обработанных образцов. С возрастанием плотности энергии, поглощенной поверхностью, происходит увеличение интенсивности дифракционной линии (200) α-Fe, что может свидетельствовать о формировании столбчатых кристаллов с преимущественной текстурой (100) [8]. После воздействия КПП на дифрактограммах появляются дифракционные линии низкотемпературной фазы є-NbN с гексагональной структурой (пространственная группа P6<sub>3</sub>/mmc), что может быть обусловлено присутствием азота как плазмообразующего газа в остаточной атмосфере вакуумной камеры. Преимущественное формирование нитрида ниобия в условиях одновременного существования в поверхностном слое атомов ниобия, углерода и азота определяется более низкой энтальпией образования нитрида ниобия (-234,3 кДж/моль в стандартных условиях [10]), чем карбида ниобия (-134,7 кДж/моль [11]). Согласно [12] нитрид ε-NbN имеет область гомогенности в интервале концентраций по азоту 48,0–50,6 ат. % и является стабильным при температуре ниже 1350 °C. При увеличении плотности энергии, поглощенной поверхностью, наблюдается тенденция к уменьшению интенсивности дифракционных линий этой фазы (см. рис. 3). Однако при плотностях поглощенной энергии



Рис. 3. Дифрактограммы образца стали и образцов системы NbC – сталь до воздействия КПП с различной плотностью энергии и после воздействия КПП с различной плотностью энергии, поглощенной поверхностью
Fig. 3. Diffraction patterns of steel sample and samples of NbC – steel system before compression plasma flows treatment with different densities of the energy absorbed by the surface

21 и 27 Дж/см<sup>2</sup> наблюдается появление «плеча» на дифракционной линии (101)  $\varepsilon$ -NbN (угол 2 $\theta$  равен 35,9°), а также отдельно стоящая дифракционная линия малой интенсивности в области угла составляет ~61° (см. рис. 3). Эти линии могут быть отнесены к фазе  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N (энтальпия образования – 248,9 кДж/моль [13]) с кристаллической решеткой, принадлежащей гексагональной сингонии и существующей в диапазоне концентраций по азоту 28,6–34,4 ат. % [12]. На основании данных фазового состава можно предположить, что увеличение плотности энергии, поглощенной поверхностью, ведет к уменьшению концентрации азота в поверхностном слое стали и, как следствие, к уменьшению объемной доли нитрида  $\varepsilon$ -NbN и появлению нитрида  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N. Такое поведение согласуется с механизмом формирования азотированного слоя при воздействии на металлы компрессионных плазменных потоков, генерируемых в атмосфере азота [14].

Согласно [14] воздействие компрессионных плазменных потоков, генерируемых в атмосфере азота, на сталь и титан приводит к насыщению их поверхностного слоя азотом в результате диффузии, происходящей преимущественно после кристаллизации расплава. Содержание азота в поверхностном слое определяется параметрами плазменных потоков – плотностью поглощенной энергии и давлением азота. Рост энергии, поглощенной поверхностью материала, приводит к увеличению интенсивности испарения материала, который формирует ударно-сжатый слой, удерживаемый непосредственно у поверхности образца набегающим компрессионным плазменным потоком и препятствующий проникновению атомов азота из атмосферы плазмообразующего вещества в расплав. После окончания действия импульса происходит рассеяние ударно-сжатого слоя, заполнение приповерхностной области азотом из окружающей атмосферы и создание условий для эффективной диффузии атомов азота в материал. Длительность диффузионного насыщения поверхностного слоя азотом, определяемая интервалом времени между рассеянием ударно-сжатого слоя и охлаждением поверхности образца до комнатной температуры, уменьшается при возрастании плотности поглощенной энергии вследствие увеличения времени рассеяния ударно-сжатого слоя, что обусловливает уменьшение концентрации азота в поверхностном слое.

В отличие от результатов работы [6], где изучались структура и фазовый состав быстрорежущей стали, подвергнутой воздействию КПП, генерируемые в атмосфере азота, в условиях данного эксперимента не было обнаружено формирования аустенита. Согласно [6] наличие аустенита в поверхностном слое стали при комнатной температуре обусловлено его стабилизацией атомами азота, входящими в состав кристаллической решетки аустенита (так называемый азотистый аустенит). В присутствии легирующего элемента (ниобия), активно взаимодействующего с азотом, происходит преимущественно формирование нитрида ниобия, и, вероятно, незначительная часть атомов азота могут участвовать в формировании азотистого аустенита.

Последующий отжиг приводит к изменению фазового состава исследуемых образцов (рис. 4). В поверхностном слое образца, отожженного в течение 3 ч, происходит формирование гематита α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. С дальнейшим возрастанием времени отжига интенсивность дифракционных линий α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> увеличивается, происходит уменьшение интенсивности дифракционных линий α-Fe, что косвенно свидетельствует об увеличении толщины оксидного слоя. Уже после 3 ч отжига исчезает отдельно стоящая дифракционная линия (202) ε-NbN (угол 20 равен 75,9°). Другие дифракционные линии этой фазы перекрываются с дифракционными линиями α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а также NbO. Дифракционные линии β-Nb<sub>2</sub>N также перекрываются с дифракционными линиями  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Таким образом, можно предположить, что не более чем после 3 ч отжига при температуре 600 °С происходит распад нитридных фаз и формирование оксидов ниобия. Образование оксидов NbO, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, NbO<sub>2</sub> термодинамически более выгодно, чем нитридов. Их энтальпия образования при стандартных условиях варьируется в диапазоне -1897,8...-405,8 кДж/моль [11; 15; 16], что существенно меньше, чем у нитридов ниобия. Следует отметить, что однозначно сказать о присутствии оксидов ниобия по анализу дифракционной картины нельзя, так как наиболее интенсивные дифракционные линии этих фаз совпадают или близко расположены к дифракционным линиям других фаз. Формирования карбида Fe<sub>2</sub>W<sub>2</sub>C не удалось выявить даже после 9 ч отжига.



*Puc.* 4. Дифрактограммы образца системы NbC – сталь, обработанного КПП с  $Q = 18 \text{ Дж/см}^2$ , до отжига и после него с различным временем выдержки *Fig.* 4. Diffraction patterns of NbC – steel sample treated by compression plasma flows at  $Q = 18 \text{ J/cm}^2$  before and after annealing with different exposure times

Для анализа изменения механических свойств образцов системы после воздействия КПП были проведены измерения микротвердости. Результаты представлены на рис. 5. Как видно из рис. 5, после обработки КПП происходит уменьшение микротвердости с ~7,5 ГПа до ~5,5 ГПа, что согласно данным фазового анализа связано с растворением карбидов Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C и NbC. Изменение плотности энергии, поглощенной поверхностью образца, не влияет (в пределах погрешности измерения) на величину микротвердости.

После отжига в течение 6 ч микротвердость образца увеличилась по всей глубине индентируемого слоя (рис. 6). Это может быть связано с формированием дисперсных карбидов  $Fe_3W_3C$  и NbC в легированном слое. Аналогичный эффект наблюдался в [6], где формирование дисперсных карбидов на границах зерен в поверхностном слое при отжиге быстрорежущей стали было обнаружено по анализу морфологии поперечного сечения с помощью РЭМ. Малый размер карбидов (~100 нм) не позволял определить их существование по данным рентгеноструктурного анализа так же, как и в данной работе.

Журнал Белорусского государственного университета. Физика. 2018. № 2. С. 61–70 Journal of the Belarusian State University. Physics. 2018. No. 2. P. 61–70



 Рис. 5. Зависимость микротвердости от глубины проникновения индентора в исходном образце стали и образцах системы NbC – сталь P18 до воздействия КПП с различной плотностью энергии, поглощенной поверхностью, и после него *Fig. 5.* Dependence of microhardness on the indenter penetration depth in steel sample and samples of NbC – steel P18 system before and after compression plasma flows treatment with different densities of the energy absorbed by the surface



in NbC – steel P18 sample treated by compression plasma flows at  $Q = 18 \text{ J/cm}^2$ before and after annealing with different exposure times

После 9 ч отжига микротвердость в объеме образца (8,5 ГПа) достигает уровня исходного образца (см. рис. 5 и 6). Однако в поверхностном слое микротвердость падает до значения 5 ГПа, что обусловлено присутствием на поверхности образца окалины с меньшей микротвердостью. Для того чтобы избежать влияния формирующегося при отжиге на воздухе слоя оксидов на измеряемое значение микротвердости, была проведена очистка от окалины. Проведенные после очистки измерения показали, что значение микротвердости образца после воздействия КПП с Q = 18 Дж/см<sup>2</sup> и последующим отжигом достигает ~11 ГПа, это в 1,3 раза больше микротвердости исходного образца. Для сравнения был проведен отжиг в тех же условиях исходного образца. Из рис. 6 видно, что отжиг не повлиял на микротвердость анализируемого слоя (в пределах погрешности измерения). Таким образом, комбинированное воздействие КПП и последующего отжига на быстрорежущую сталь P18 с предварительно нанесенным покрытием NbC позволяет сформировать поверхностный слой с более высокими прочностными характеристиками.

### Заключение

Проведенные исследования показали, что воздействие компрессионных плазменных потоков, генерируемых в атмосфере азота, на систему NbC – сталь P18 с плотностью поглощенной энергии 13–27 Дж/см<sup>2</sup> приводит к растворению карбидов  $Fe_3W_3C$  и NbC, а также формированию нитридов  $\varepsilon$ -NbN и  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N. Увеличение плотности энергии, поглощенной поверхностью, ведет к уменьшению концентрации азота в поверхностном слое стали и, как следствие, к снижению объемной доли нитрида  $\varepsilon$ -NbN и появлению нитрида  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N. С ростом плотности поглощенной энергии также уменьшается концентрация ниобия в анализируемом слое от 4,0 до 1,3 ат. %. Воздействие компрессионными плазменными потоками обусловливает уменьшение величины микротвердости с 7,5 до 5,5 ГПа, что связано с растворением карбидов  $Fe_3W_3C$  и NbC. Изменение плотности энергии, поглощенной поверхностью образца, не влияет (в пределах погрешности измерения) на величину микротвердости.

Последующий после обработки КПП с  $Q = 18 \text{ Дж/см}^2$  отжиг на воздухе при температуре 600 °С приводит к формированию на поверхности образца гематита  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> уже после 3 ч отжига и, вероятно, к распаду нитридов ниобия  $\varepsilon$ -NbN и  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N. Проведенные измерения микротвердости после очистки от окалины показали, что значение микротвердости образца после воздействия КПП с Q, равным 18 Дж/см<sup>2</sup>, и последующего отжига в течение 9 ч достигает ~11 ГПа, это в 1,3 раза больше микротвердости исходного образца. Увеличение микротвердости связывается с формированием дисперсных карбидов Fe<sub>3</sub>W<sub>3</sub>C и NbC в легированном слое.

#### Библиографические ссылки

1. Григорьянц А. Г. Основы лазерной обработки материалов. М. : Машиностроение, 1989.

2. Самотугин С. С., Нестеров О. Ю. Комплексная объемно-плазменная обработка быстрорежущей стали // Физика и химия обработки материалов. 2002. № 5. С. 14–17.

3. *Ivanov Yu., Matz W., Rotshtein V., et al.* Pulsed electron-beam melting of high-speed steel: structural phase transformations and wear resistance // Surf. Coat. Technol. 2002. Vol. 150. P. 188–198.

4. Kac S., Kusinski J. SEM and TEM microstructural investigation of high-speed tool steel after laser melting // Mater. Chem. Phys. 2003. Vol. 81. P. 510–512.

5. Xian-xiu Mei, Sheng-zhi Hao, Teng-cai Ma, et al. Microstructure and wear resistance of high-speed steel treated with intense pulsed ion beam // Nucl. Instrum. Methods in Phys. Res. 2005. Vol. B 239. P. 152–158.

6. Cherenda N. N., Uglov V. V., Bibik N. V., et al. Modification of Structure and Mechanical Properties of High Speed Steel P18 at Combined Plasmaand Thermal Treatment // J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2011. Vol. 5, № 2. P. 305–309. 7. Leyvi A. Ya., Cherenda N. N., Uglov V. V., et al. The impact of a shock-compressed layer on the mass transfer of target material

during processing compression plasma flows // Resour-Effic. Technol. 2017. Vol. 3. P. 222–225.

8. *Черенда Н. Н., Малашевич А. А., Углов В. В. и др.* Структура и фазовый состав поверхностного слоя стали У9, легированного атомами хрома под действием компрессионных плазменных потоков // Журн. Белорус. гос. ун-та. Физика. 2017. № 2. С. 102–107.

9. *Abdul Aleem B. J., Hashmi M. S. J., Yilbas B. S.* Laser controlled melting of pre-prepared inconel 718 alloy surface // Opt. Lasers in Eng. 2011. Vol. 49. P. 1314–1319.

10. Mah A. D., Gellert N. L. Heats of Formation of Niobium Nitride, Tantalum Nitride and Zirconium Nitride from Combustion Calorimetry // J. Am. Chem. Soc. 1956. Vol. 78. P. 3261–3263.

11. Huber E. J., Head E. L., Holley C. E., et al. The Heats of Combustion of Niobium Carbides // J. Phys. Chem. 1961. Vol. 65. P. 1846–1849.

12. Лякишев Н. П. Диаграммы состояния двойных металлических систем : в 3 т. М. : Машиностроение, 2001. Т. 3.

13. Mah A. D. Heats of Formation of Niobium Dioxide, Niobium Subnitride and Tantalum Subnitride // J. Am. Chem. Soc. 1958. Vol. 80. P. 3872–3874.

14. Cherenda N. N., Shimanskii V. I., Uglov V. V., et al. Nitriding of steel and titanium surface layers under the action of compression plasma flows // J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2012. Vol. 6, N 2. P. 319–325.

15. Worrell W. The Free Energy of Formation of Niobium Dioxide between 1100 and 1700 K // J. Phys. Chem. 1964. Vol. 68. P. 952–953.

16. Ignatowicz S., Davies M. W. The Free Energy of Formation of NbO and Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> // J. Less-Common Met. 1968. Vol. 15. P. 100–102.

#### References

1. Grigoriants A. G. Osnovy lazernoi obrabotki materialov [Fundamentals of laser processing of materials]. Moscow : Mashinostroenie, 1989 (in Russ.).

2. Samotugin S. S., Nesterov O. Yu. [Complex volumetric-plasma treatment of high-speed steel]. *Fiz. i khim. obrabotki mater.* = *Inorg. Mater.: Appl. Res. Phys. Chem. Mater. Treat.* 2002. No. 5. P. 14–17 (in Russ.).

3. Ivanov Yu., Matz W., Rotshtein V., et al. Pulsed electron-beam melting of high-speed steel: structural phase transformations and wear resistance. *Surf. Coat. Technol.* 2002. Vol. 150. P. 188–198.

4. Kac S., Kusinski J. SEM and TEM microstructural investigation of high-speed tool steel after laser melting. *Mater. Chem. Phys.* 2003. Vol. 81. P. 510–512.

5. Xian-xiu Mei, Sheng-zhi Hao, Teng-cai Ma, et al. Microstructure and wear resistance of high-speed steel treated with intense pulsed ion beam. *Nucl. Instrum. Methods in Phys. Res.* 2005. Vol. B 239. P. 152–158.

6. Cherenda N. N., Uglov V. V., Bibik N. V., et al. Modification of Structure and Mechanical Properties of High Speed Steel P18 at Combined Plasmaand Thermal Treatment. *J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques.* 2011. Vol. 5, No. 2. P. 305–309.

7. Leyvi A. Ya., Cherenda N. N., Uglov V. V., et al. The impact of a shock-compressed layer on the mass transfer of target material during processing compression plasma flows. *Resour.-Effic. Technol.* 2017. Vol. 3. P. 222–225.

8. Cherenda N. N., Malashevich A. A., Uglov V. V., et al. The structure and phase composition of the U9 steel surface layer alloyed with chromium atoms under the action of compression plasma flows. *J. Belarus. State Univ. Phys.* 2017. No. 2. P. 102–107 (in Russ.).

9. Abdul Aleem B. J., Hashmi M. S. J., Yilbas B. S. Laser controlled melting of pre-prepared inconel 718 alloy surface. *Opt. Lasers in Eng.* 2011. Vol. 49. P. 1314–1319.

10. Mah A. D., Gellert N. L. Heats of Formation of Niobium Nitride, Tantalum Nitride and Zirconium Nitride from Combustion Calorimetry. J. Am. Chem. Soc. 1956. Vol. 78. P. 3261–3263.

11. Huber E. J., Head E. L., Holley C. E., et al. The Heats of Combustion of Niobium Carbides. J. Phys. Chem. 1961. Vol. 65. P. 1846–1849.

12. Liakishev N. P. Diagrammy sostoyaniya dvoinykh metallicheskikh sistem [Diagrams of binary metallic systems] : in 3 vols. Moscow : Mashinostroenie, 2001. Vol. 3 (in Russ.).

13. Mah A. D. Heats of Formation of Niobium Dioxide, Niobium Subnitride and Tantalum Subnitride. J. Am. Chem. Soc. 1958. Vol. 80. P. 3872–3874.

14. Cherenda N. N., Shimanskii V. I., Uglov V. V., et al. Nitriding of steel and titanium surface layers under the action of compression plasma flows. J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2012. Vol. 6, No. 2. P. 319–325.

15. Worrell W. The Free Energy of Formation of Niobium Dioxide between 1100 and 1700 K. J. Phys. Chem. 1964. Vol. 68. P. 952–953.

16. Ignatowicz S., Davies M. W. The Free Energy of Formation of NbO and Ta2O5. J. Less-Common Met. 1968. Vol. 15. P. 100-102.

Статья поступила в редколлегию 08.02.2018. Received by editorial board 08.02.2018.