



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Оценка структурно-фазового и напряженного состояния диффузионных боридных слоев, полученных химико-термической обработкой на поверхности штамповой стали 3Х2В8Ф

Ундрах Мишигдоржийн^{1, 2, a, *}, Николай Улаханов^{2, 1, b}, Александр Тихонов^{3, 2, c},
Павел Гуляшинов^{4, 2, d}

¹ Институт физического материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, ул. Сахьяновой 6, г. Улан-Удэ, 670047, Россия

² Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления, ул. Ключевская 40В, г. Улан-Удэ, 670013, Россия

³ Иркутский национальный исследовательский технический университет, ул. Лермонтова 83, г. Иркутск, 664074, Россия

⁴ Байкальский институт природопользования Сибирского отделения Российской академии наук, ул. Сахьяновой 6, г. Улан-Удэ, 670047, Россия

^a  <https://orcid.org/0000-0002-7863-9045>,  undrakh@ipms.bscnet.ru, ^b  <https://orcid.org/0000-0002-0635-4577>,  nulahanov@mail.ru,

^c  <https://orcid.org/0000-0002-4917-9916>,  tihonovalex90@mail.ru, ^d  <https://orcid.org/0000-0001-6776-9314>,  gulpasha@mail.ru.

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 621.9.011

История статьи:

Поступила: 18 марта 2021

Рецензирование: 05 апреля 2021

Принята к печати: 17 апреля 2021

Доступно онлайн: 15 июня 2021

Ключевые слова:

Химико-термическая обработка (ХТО)

Качество поверхностного слоя

Борирование

Остаточные напряжения

Структурно-фазовое состояние

Штамповая сталь

Финансирование:

Исследование выполнено при финансовом обеспечении гранта Российского Научного Фонда (проект 19-79-10163).

Благодарности:

Выражение признательности: авторы выражают благодарность Мантатовой Светлане Сергеевне за помощь при написании англоязычного блока статьи.

АННОТАЦИЯ

Введение. Контроль и управление технологическими остаточными напряжениями (ТОН) является одной из важнейших задач технологии машиностроения. Борирование способно обеспечить высокие физико-механические свойства деталей машин и инструментов с минимальным воздействием на напряженное состояние в поверхностных слоях. **Целью настоящей работы** является определение температурных режимов диффузионного борирования, способствующих благоприятному распределению ТОН в поверхностном слое штамповой стали 3Х2В8Ф. **В работе рассмотрены** результаты исследований по определению ТОН экспериментальным методом на установке УДИОН-2 в диффузионных слоях на поверхности исследуемой стали. Борирование проводили в контейнерах с порошковой смесью из карбида бора и фторида натрия в качестве активатора при температуре 950 и 1050 °С в течение 2 ч. Полученные образцы сталей с диффузионным слоем исследовали на оптическом микроскопе и растровом электронном микроскопе (РЭМ); определяли микротвердость, элементный и фазовый состав слоев. Установлено, что при увеличении температуры борирования с 950 до 1050 °С толщина диффузионного слоя возрастает с 20 до 105 мкм. При этом низкотемпературный режим химико-термической обработки (ХТО) привел к формированию бориды железа Fe₂B с максимальным содержанием бора 6 % и микротвердостью до 1250 НВ, а высокотемпературный – бориды железа FeВ с максимальным содержанием бора 11 % и микротвердостью до 1880 НВ. **Результаты и обсуждение.** Установлено, что борирование при 950 °С приводит к более благоприятному распределению ТОН сжатия в диффузионном слое. Однако значительные колебания ТОН в диффузионном слое и в прилегающей (переходной) зоне могут негативно сказаться на эксплуатационных свойствах после ХТО при данной температуре. Увеличение температуры ХТО приводит к возникновению растягивающих ТОН в верхней зоне слоя на глубине до 50 мкм от поверхности. Несмотря на наличие растягивающих напряжений на поверхности диффузионного слоя после высокотемпературной ХТО распределение ТОН является более плавным по сравнению с низкотемпературным борированием.

Для цитирования: Оценка структурно-фазового и напряженного состояния диффузионных боридных слоев, полученных химико-термической обработкой, на поверхности штамповой стали 3Х2В8Ф / У.Л. Мишигдоржийн, Н.С. Улаханов, А.Г. Тихонов, П.А. Гуляшинов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2021. – Т. 23, № 2. – С. 147–162. – DOI:10.17212/1994-6309-2021-23.2-147-162.

*Адрес для переписки

Мишигдоржийн Ундрах Лхагвасуренович., к.т.н., заведующий лабораторией
 Институт физического материаловедения
 Сибирского отделения Российской академии наук,
 ул. Сахьяновой 6,
 670047, г. Улан-Удэ, Россия
 Тел.: 8 (3012) 43-48-70, e-mail: undrakh@ipms.bscnet.ru.

Введение

Качество поверхностного слоя деталей машин и инструмента определяется многими параметрами (шероховатость, волнистость, твердость, остаточные напряжения и т.д.) и обеспечивается последовательностью операций механической и термической обработки. Химико-термическая обработка (ХТО) металлов используется для упрочнения поверхностных слоев формообразующего инструмента, таких как штампы для обработки давлением и прессы для литья под давлением [1–4]. При этом от качества получаемых диффузионных покрытий зависит долговечность технологической оснастки и качество изготавливаемых при ее помощи изделий. Это определяет необходимость в комплексном подходе оценки свойств диффузионных слоев, включая их физико-механические свойства, структурно-фазовое и напряженное состояние.

Очевидно, что после ХТО возникает разность удельных объемов диффузионного слоя и стали-основы, под влиянием которой возникают технологические остаточные напряжения (ТОН), оказывающие значительное влияние на работоспособность покрытия и изделия в целом. Известно, что ТОН сжатия являются более предпочтительными с точки зрения замедления роста и образования усталостных трещин, в том числе для процессов ХТО [5,6]. Так, авторами работ [6,7] было установлено, что процессы цементации, азотирования, борирования и борицирования положительно сказываются на характере распределения ТОН на стали 25ХГТ и сплавах ВКС-5, ЭП718 и ВНС-17.

Измерение ТОН по методу Давыденкова для комбинированного процесса, включающего цементацию и последующее шлифование легированной стали 17CrNi6-6 (стандарт EN 10084-2008), рассмотрено в работе [8]. Авторами

установлено, что традиционная и низкотемпературная цементация приводит к благоприятному распределению ТОН в диффузионном слое. Последующее чистовое шлифование эльборовым шлифовальным кругом (CBN grinding wheel) позволило сохранить распределение ТОН. Известно о положительном влиянии обработки данным инструментом на шероховатость стали 3Х2В8Ф после бороалитирования [9]. Так, исходная шероховатость после ХТО была снижена с 7,7 до 0,43 мкм по параметру *Ra*. В работах [10,11] также представлены результаты благоприятного распределения ТОН в диффузионном слое после комбинированной обработки, включающей борирование с последующей ультразвуковой обработкой стали 45.

Таким образом, при разработке методов диффузионного насыщения на поверхности стальных изделий усилия должны быть направлены на поиск таких распределений ТОН, которые гарантированно улучшают эксплуатационные свойства изделий. Проведенный литературный обзор выявил отсутствие публикаций по определению ТОН после борирования стали 3Х2В8Ф.

Целью настоящей работы является определение температурных режимов диффузионного борирования, способствующих благоприятному распределению ТОН в поверхностном слое штамповой стали 3Х2В8Ф.

Методика исследований

Образцы из инструментальной штамповой стали 3Х2В8Ф (табл. 1) были подвергнуты ХТО в порошковых смесях с использованием печного нагрева.

Порошковый метод осуществляли в контейнерах с плавким затвором (рис. 1) [12]. Детали упаковывали в контейнер, крышка контейнера герметизировалась легкоплавким стеклом. Затем контейнер загружали в предварительно на-

Таблица 1

Table 1

Химический состав стали 3Х2В8Ф, масс. %

Chemical composition of 3Kh2V8F/3X2B8F steel, wt. %

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	W	V
0,3...0,4	0,15...0,4	0,15...0,4	до 0,03	до 0,03	2,2...2,7	до 0,35	до 0,03	8,5...10,0	0,3...0,6

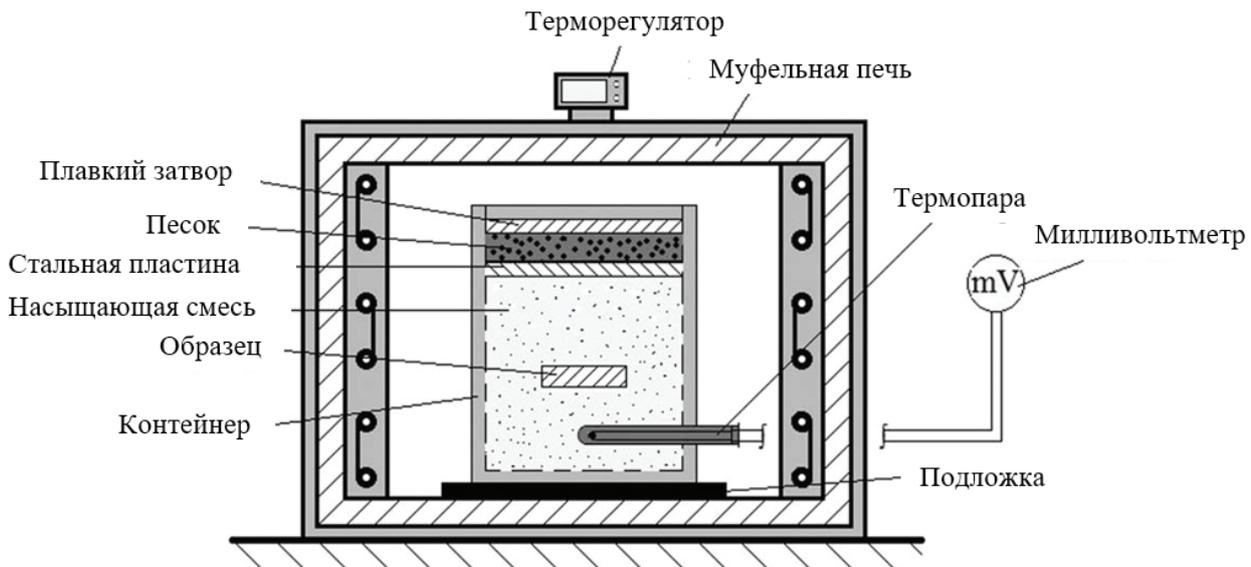


Рис. 1. Схема упаковки деталей для насыщения из порошковых смесей

Fig. 1. Parts packing scheme for saturation from powder mixtures

гретую печь. По истечении времени выдержки контейнер охлаждали вне печи на спокойном воздухе.

Борирование проводили в порошковой смеси карбида бора и активатора фторида натрия (96 % B_4C + 4 % NaF) при температуре 950 и 1050 °С, время насыщения 2 часа.

Исследование микроструктуры проводили с помощью оптической и растровой электронной микроскопии. Микротвердость определяли на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузке 0,1 кгс. Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) проводили на растровом электронном микроскопе «JSM-6510LV JEOL» с системой микроанализа «INCA Energy 350» при ускоряющем напряжении 10 кэВ во вторичных электронах в ЦКП «Прогресс» ВСГУТУ. Результаты РСМА приведены с точностью до десятых долей процента. При этом вероятность ошибки составляла 1...5 % весовых. Фазовый анализ проводили на рентгеновском дифрактометре D8 ADVANCE фирмы Bruker AXS в медном излучении с интервалом съемки 10...70° в ЦКП БИП СО РАН.

Остаточные напряжения в боридных покрытиях после ХТО измеряли с помощью установки для определения остаточных напряжений механическим методом УДИОН-2, разработанной в ИРНТУ (рис. 2) [13, 14].

Так как разрушение деталей машин в большинстве случаев начинается с поверхности, то

объектом измерения являются приповерхностные остаточные напряжения.

Измерение ТОН проводилось на плоских образцах типа пластин, применительно к таким образцам, механический метод определения ТОН известен также как метод полосок. Данный метод заключается в регистрации деформаций образцов в процессе непрерывного удаления напряженных слоев с исследуемой поверхности образцов в функции толщины удаленного слоя. Для регистрации деформации образцов используются тензометрические датчики с системой сбора данных, для послойного удаления материала с образцов было применено электрохимическое травление – анодное растворение.

Для определения ТОН после ХТО были изготовлены элементарные образцы-полоски (рис. 3).

Измерялись геометрические параметры образцов-полосок (толщина h и ширина b), а также их начальные деформации (стрела прогиба f^0), необходимые для последующего расчета ТОН. Далее образцы окунались в защитную каучуковую эмаль и сушились. После сушки с исследуемой поверхности образцов лезвием удалялась защитная эмаль в виде прямоугольника во всю ширину полоски и длиной 30 мм, расположенному по центру образца-полоски.

К одному концу образца-полоски монтировался двуплечий рычаг для передачи деформации на тензометрические датчики, другой

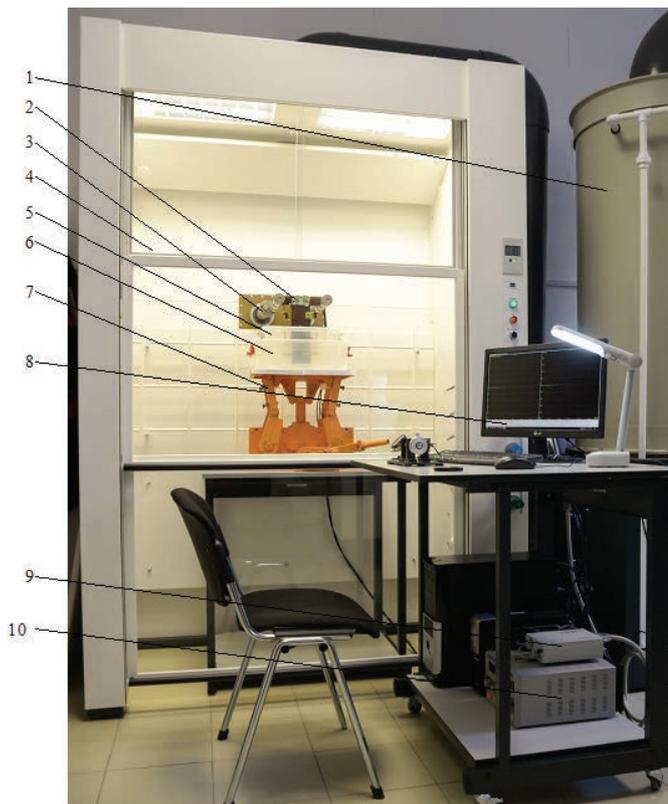


Рис. 2. Установка для измерения остаточных напряжений механическим методом УДИОН-2:

1 – скруббер; 2 – приспособления для закрепления образцов (метрологические рамки); 3 – кронштейны; 4 – вытяжной шкаф; 5 – ванна с раствором электролита; 6 – термостатирующая ванна; 7 – устройство подъема ванн; 8 – персональный компьютер с установленным программным обеспечением; 9 – тензометрические модули системы сбора данных; 10 – источник питания электрохимической цепи

Fig. 2. Installation UDION-2/УДИОН-2 for measuring residual stresses by mechanical method:

1 – scrubber; 2 – device for sample fixing (metrological frames); 3 – bracket; 4 – fume hood; 5 – bath with electrolyte solution; 6 – thermostatic bath; 7 – bath lifting device; 8 – personal computer; 9 – strain gauge modules of the data collection system; 10 – electrochemical circuit power supply

конец образца закреплялся в кронштейн метрологической рамки установки УДИОН-2 (рис. 4).

Метрологические рамки с образцами устанавливались и фиксировались в вытяжном шкафу на кронштейнах над ванной с раствором электролита, расположенной на столе подъемного механизма (см. рис. 2). Тензометрические датчики соединялись с системой сбора данных.



a



б

Рис. 3. Образцы-полоски после борирования для определения ТОН механическим методом:

a – 950 °C, 2 ч; б – 1050 °C, 2 ч

Fig. 3. Samples-strips after boriding for determination of residual stresses by mechanical method:

a – 950 °C, 2 h; б – 1050 °C, 2 h

К клеммам подключался источник тока Mastech NY3010.

Система сбора данных установки УДИОН-2 LTR-EU-2-5 «Л Кард», управляемая программным обеспечением (ПО) АСTest, осуществляет приём, обработку, визуализацию и сохранение информации с тензометрических датчиков в процессе проведения эксперимента. Обработанная информация, полученная с тензометриче-

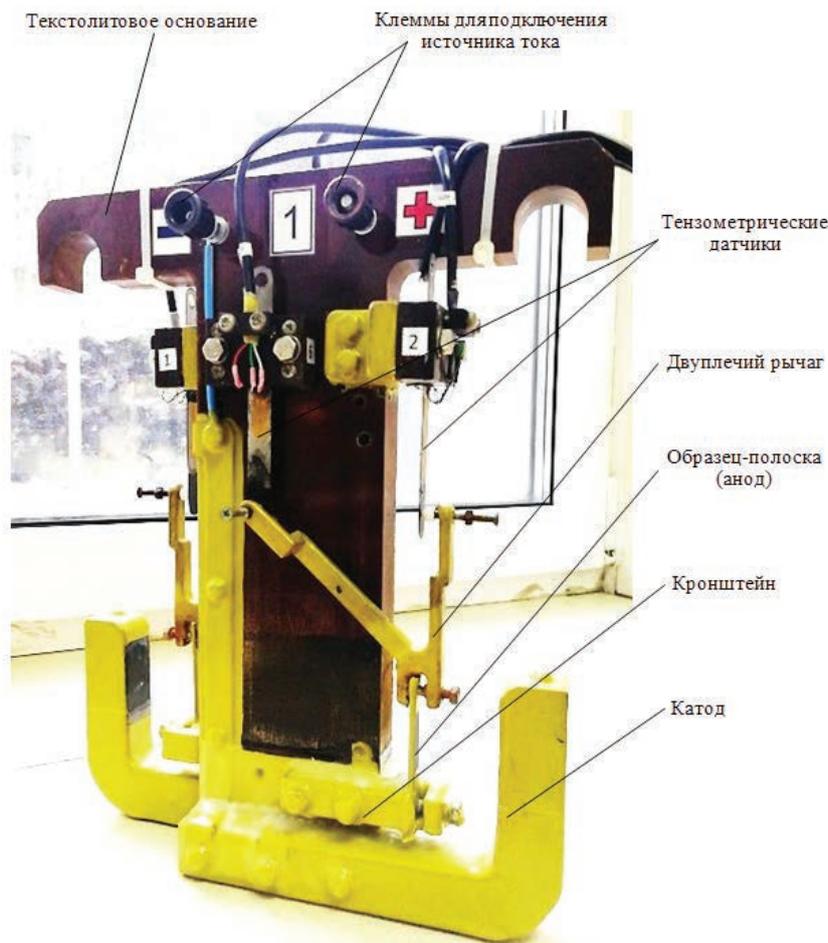


Рис. 4. Приспособление (метрологическая рамка) установки УДИОН-2 для исследования остаточных напряжений в плоских образцах при электрохимическом способе удаления слоев

Fig. 4. The device (metrological frame) of the UDION-2/УДИОН-2 installation for the study of residual stresses in flat samples during the electrochemical method of removing layers

ских датчиков, а также измеренные параметры образцов, необходимые для последующего расчета ТОН, хранятся в базе данных «Параметры образцов УДИОН».

После выполнения подготовительных операций запускался эксперимент: включалась приточно-вытяжная система вентиляции, активировался сценарий эксперимента системы сбора данных, поднимался стол подъемного механизма с ваннами так, чтобы образцы были полностью погружены в раствор. Включался источник тока и запускался сбор данных в ПО, производилось послойное электрохимическое травление (анодное растворение). Состав применяемого электролита и режимы анодного растворения приведены в табл. 2.

В процессе послойного электрохимического травления материала исследуемой поверхности образцов производилась запись перемещения контрольных точек тензометрических датчиков и построение деформационной кривой в режиме реального времени.

Последующая обработка информации (массива деформационных кривых, начальных деформаций, геометрических параметров образцов) производится в программе для расчета остаточных напряжений XUdion [15]. Завершающим этапом работ по измерению ТОН в образце является формирование протокола измерения ТОН, содержащего параметры образца и эпюру ТОН (распределение ТОН по толщине удаленного слоя).

Состав электролита и параметры для электрохимического травления (анодного растворения) образцов после ХТО

Electrolyte composition and parameters for electrochemical etching (anodic dissolution) of samples after chemical heat treatment

Состав электролита (г/л) / Electrolyte composition (g/l)	$t, ^\circ\text{C}$	Плотность тока j , А/дм ² / Current density j , A / dm ²	Напряжение U , В / Voltage U , V	Скорость травления $V_{\text{тр}}$, мм/мин / Etching rate V_{er} , mm / min
NaNO ₃ – 60; NaNO ₂ – 5; Na ₂ CO ₃ – 5; C ₃ H ₈ O ₃ – 15; H ₂ O – остальное / rest	30	125	11,5	0,0042

Расчет ТОН в программе XUdion производится с использованием математической модели расчета компонент остаточных напряжений в пластинах с применением метода полосок [16] (рис. 5):

$$\sigma_Z = \frac{8E}{1-\mu^2} \left(\frac{h}{2} - a \right) V_Z^0 - \frac{4E}{3(1-\mu^2)} \times \left[(h-a)^2 \frac{dV_Z}{da} - 4(h-a)V_Z + 2 \int_0^a V_Z d\xi \right]; \quad (1)$$

$$\sigma_X = \frac{8E}{1-\mu^2} \left(\frac{h}{2} - a \right) V_X^0 - \frac{4E}{3(1-\mu^2)} \times \left[(h-a)^2 \frac{dV_X}{da} - 4(h-a)V_X + 2 \int_0^a V_X d\xi \right]; \quad (2)$$

$$\tau_{ZX} = 2G \left(\frac{h}{2} - a \right) u_\tau^0 - \frac{G}{3} \times \left[(h-a)^2 \frac{du_\tau}{da} - 4(h-a)u_\tau + 2 \int_0^a u_\tau d\xi \right], \quad (3)$$

где σ_z и σ_x – нормальные компоненты остаточных напряжений, МПа; τ_{zx} – касательная компонента остаточных напряжений, МПа; E – модуль упругости, МПа; G – модуль сдвига, МПа; μ – коэффициент Пуассона; $V_z^0 = f_z^0 / l_z^2 + \mu f_x^0 / l_x^2$; $V_x^0 = f_x^0 / l_x^2 + \mu f_z^0 / l_z^2$; $u_\tau^0 = (\chi_z^0 - \chi_x^0) / 2$ – приведенные перемещения после вырезки; $V_z = f_z / l_z^2 + \mu f_x / l_x^2$; $V_x = f_x / l_x^2 + \mu f_z / l_z^2$; $u_\tau = (\chi_z - \chi_x) / 2$ – приведенные перемещения,

регистрируемые в процессе травления; f_z^0 ; f_x^0 – изменения прогибов полоски, обусловленных вырезкой, мм; f_z , f_x – те же перемещения, но зарегистрированные при удалении слоев, мм; χ_z^0 , χ_x^0 – изменения единичного угла закручивания полоски, обусловленных вырезкой, рад/мм; χ_z , χ_x – те же перемещения, но зарегистрированные при удалении слоев, мм; l_z , l_x – соответствующие исследуемые длины полосок, мм; h – исходная толщина пластины (полосок), мм; a – толщина слоя, удаленного в данный момент времени, мм; ξ – переменная интегрирования.

Результаты и их обсуждение

В рамках данного исследования были определены микротвердость, структурно-фазовое и напряженное состояние. Металлографический анализ выявил, что после борирования при температуре 950 °С формируется диффузионный слой глубиной 20 мкм (рис. 6, а). Повышение температуры до 1050 °С позволило получить диффузионный слой глубиной до 105 мкм (рис. 6, б). Борированные слои имеют структуру в виде зубьев с округленными концами, ориентированными по направлению диффузии бора. В верхних частях слоя наблюдаются поры, являющиеся результатом взаимодействия с атмосферным воздухом. После ХТО в обоих температурных режимах формируется переходная зона в виде темной области под бори-

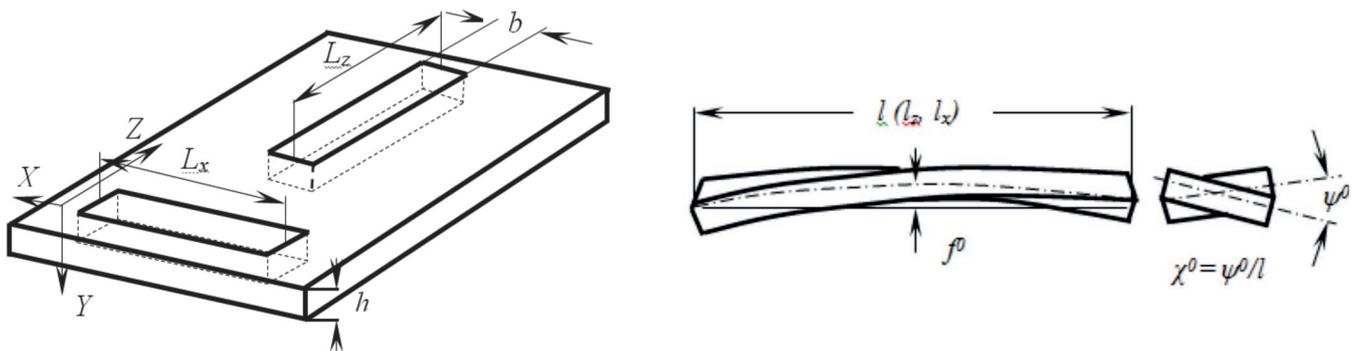


Рис. 5. К пояснению формул для расчета ТОН механическим методом

Fig. 5. To an explanation of the formulas for calculating residual stresses by a mechanical method

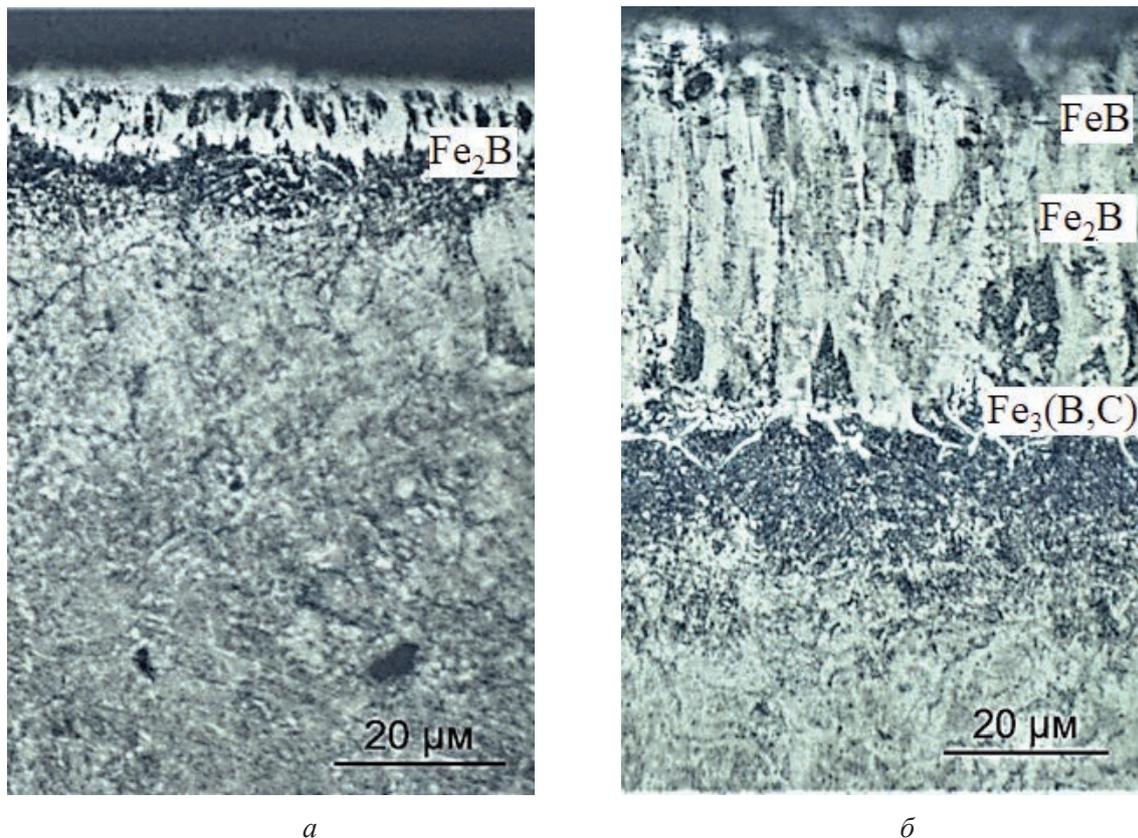


Рис. 6. Микроструктуры стали 3X2B8Ф после ХТО при температуре:

a – 950 °С; *б* – 1050 °С

Fig. 6. Microstructures of steel 3Kh2V8F after TCT at temperature:

a – 950 °С; *б* – 1050 °С

дами. При этом после высокотемпературной обработки наблюдаются светлые кристаллы, ориентированные по границам зерен основного металла, вероятно, являющиеся карбоборидами ($\text{Fe}_3(\text{B,C})$) [17].

Максимальная микротвердость после обработки при температуре 950 °С составляет 1250 HV, при температуре 1050 °С – 1880 HV, что соответствует боридам железа Fe_2B и FeB (рис. 7)

[1–4]. Фазовый анализ подтвердил наличие в диффузионном слое после ХТО при 950 °С фазы Fe_2B и после ХТО при 1050 °С – FeB (рис. 8). При этом в первом случае наблюдается высокий градиент между значениями микротвердости в слое и в основном металле, где разница составила 800 HV. Во втором случае значения плавно снижаются по направлению к основному металлу, что является более предпочтительным для

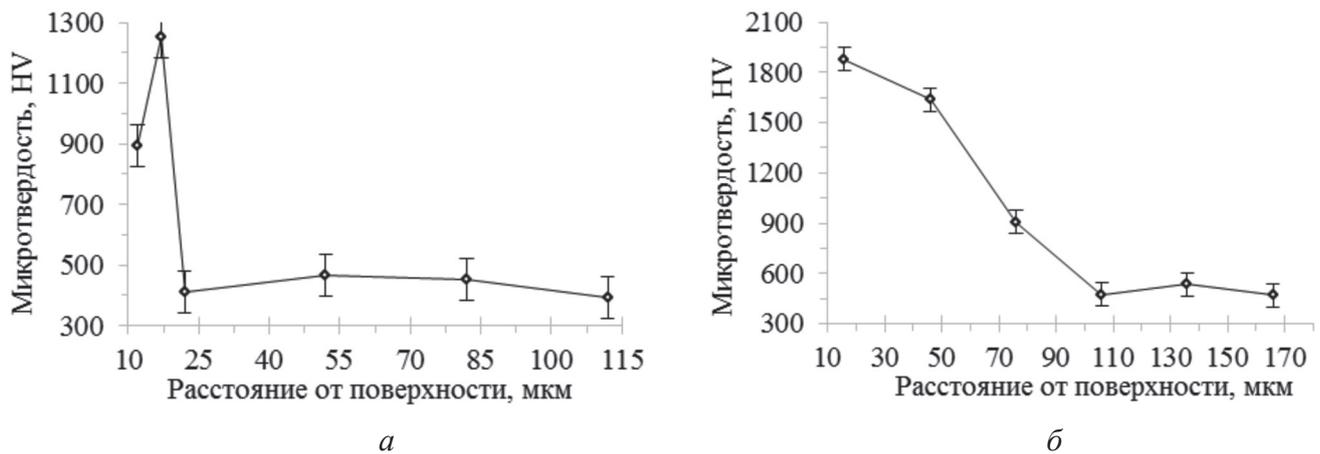


Рис. 7. Распределение микротвердости по глубине после ХТО при температуре:

a – 950 °С; *б* – 1050 °С

Fig.7. Depth distribution of microhardness after TCT at temperature:

a – 950 °С; *б* – 1050 °С

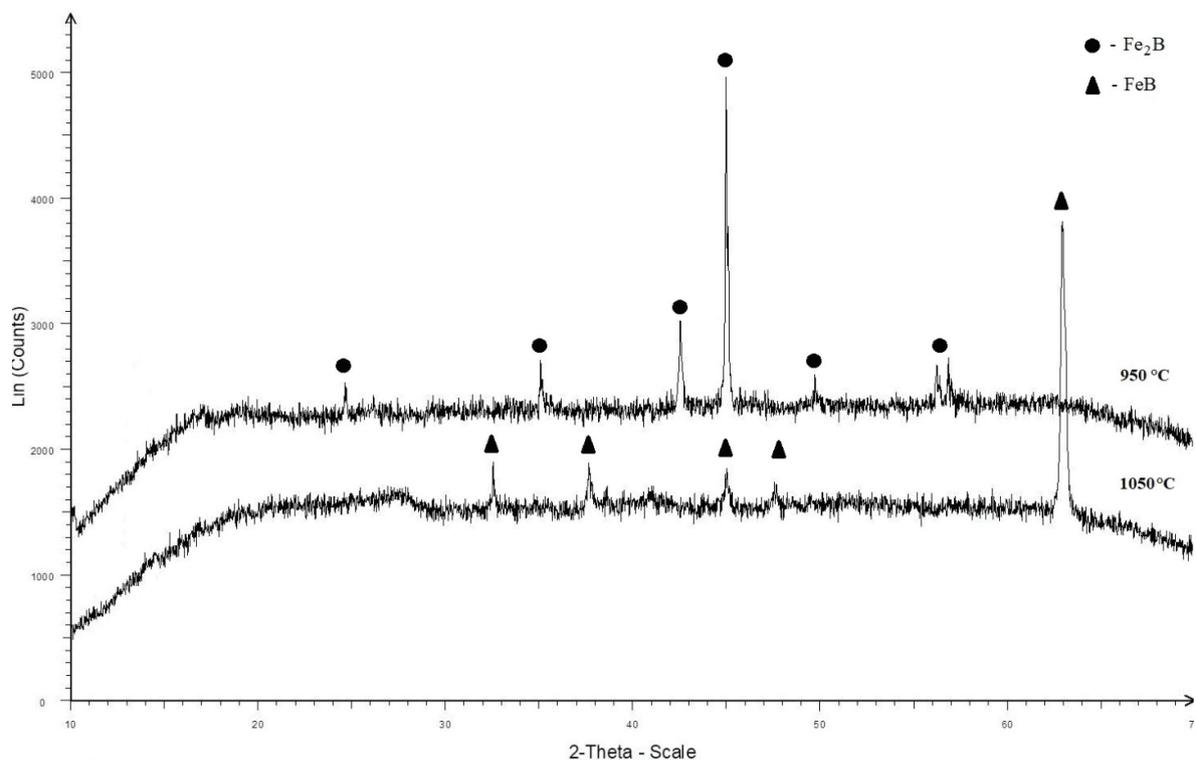


Рис. 8. Рентгенограмма образцов после процесса борирования

Fig. 8. XRD-pattern of the samples after boriding

изделий, работающих в условиях знакопеременных нагрузок.

Наличие в слое второго более пластичного борида Fe_2B и более развитой переходной зоны с карбоборидами после борирования при 1050 °С привело к формированию профиля микротвердости с относительно плавным переходом от слоя к основному металлу.

С целью определения элементного состава слоя в локальных участках и отдельных структурных составляющих использовали метод РСМА (рис. 9). Результаты количественного анализа представлены в табл. 3 и 4. Низкотемпературный режим борирования привел к формированию борида железа Fe_2B с максимальным содержанием бора около 6 % в верхней части слоя в спектре 1

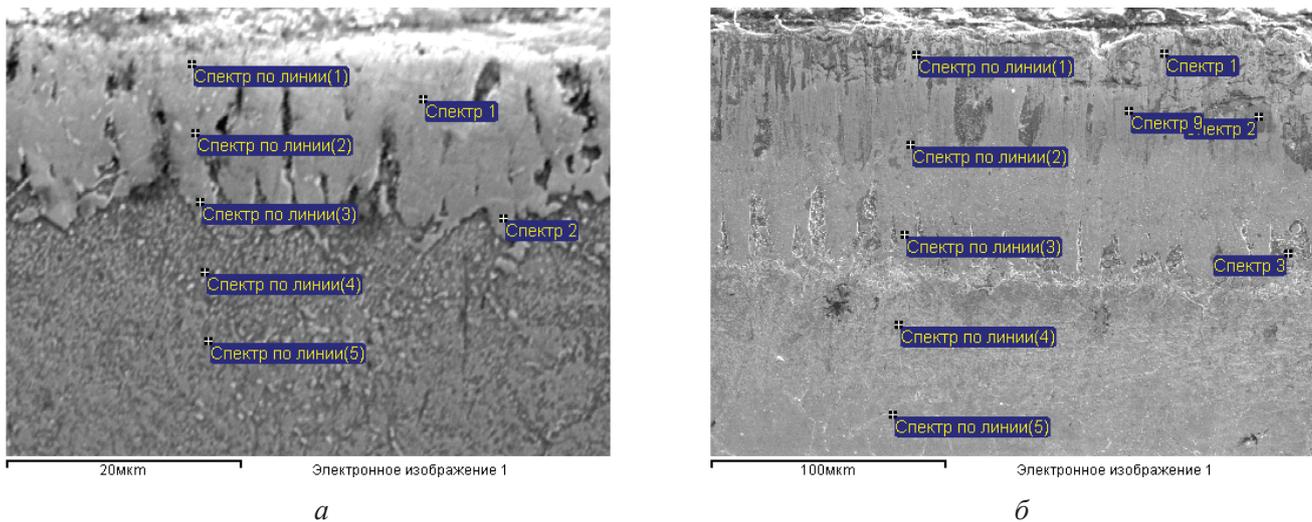


Рис. 9. Изображение боридного слоя, полученное на РЭМ:

a – 950 °С, 2 ч; *б* – 1050 °С, 2 ч

Fig. 9. SEM image of the boride layer:

a – 950 °С, 2 h; *б* – 1050 °С, 2 h

Таблица 3

Table 3

Концентрация элементов в поверхностном слое образца после ХТО при температуре 950 °С, масс. %*
Concentration of elements in the surface layer of the sample after TCT at a temperature of 950 °С, wt. %*

Спектр / Spectrum	B	C	V	Cr	Fe	W	Итог / Result
Спектр 1 / Spectrum 1	6	4.9	0.3	8.3	77.8	2.7	100.00
Спектр 2 / Spectrum 2	–	5.4	0.7	9.3	72.1	12.5	100.00
Спектр по линии (1) / Linear spectrum (1)	6.2	4.3	–	8.8	79.2	1.5	100.00
Спектр по линии (2) / Linear spectrum (2)	1.9	6.1	–	9.8	68.8	13.4	100.00
Спектр по линии (3) / Linear spectrum (3)	3.1	6	–	7.9	80	3	100.00
Спектр по линии (4) / Linear spectrum (4)	–	8	–	11.2	78	2.8	100.00
Спектр по линии (5) / Linear spectrum (5)	–	8.6	–	10.8	72.1	8.5	100.00

* Количественный анализ дан для отражения измерения концентраций элементов по глубине слоя. Действительные значения невозможно представить РСМА анализом с энергодисперсионным спектрометром.

* Quantitative analysis is given to reflect the concentration variation depending on the distance from the surface. The actual values are not possible to define by EDS analysis.

и в спектре по линии 1. Содержание бора после обработки при 1050 °С возросло до 11 %. В обоих температурных режимах выявлено повышенное содержание хрома, что не отражает действительности и связано с особенностями съемки при относительно низком ускоряющем напряжении

для выявления легких элементов, например бора. Содержание вольфрама в диффузионном слое варьируется в диапазоне от 1 до 13 %, что говорит о его неоднородном распределении в слое, на микроструктуре он представлен в виде светлых карбидных включений размером до 1 мкм (рис. 9, *a*).

Таблица 4

Table 4

Концентрация элементов в поверхностном слое образца после ХТО при температуре 1050 °С, масс. %*
 Concentration of elements in the surface layer of the sample after TCT at a temperature of 1050 °С, wt. %*

Спектр / Spectrum	B	C	O	Si	V	Cr	Fe	W	Итог / Result
Спектр 1 / Spectrum 1	10.5	4.5	2.5	–	–	4.1	65.4	13	100.00
Спектр 2 / Spectrum 2	10.8	5.1	–	–	–	11.3	69	3.8	100.00
Спектр 3 / Spectrum 3	3.1	4	2.2	0.5	–	6.6	80.8	2.8	100.00
Спектр по линии (1) / Linear spectrum (1)	11.8	3.8	–	–	–	10.7	71.5	2.2	100.00
Спектр по линии (2) / Linear spectrum (2)	1.7	4.8	–	–	0.5	11.3	71.8	9.9	100.00
Спектр по линии (3) / Linear spectrum (3)	3.3	5.5	–	–	–	10.4	74.2	6.6	100.00
Спектр по линии (4) / Linear spectrum (4)	–	7.3	–	–	–	13.5	77.4	1.8	100.00
Спектр по линии (5) / Linear spectrum (5)	–	7.4	–	–	–	10.5	76.7	5.4	100.00
Spectrum 9	–	3.7	–	–	–	12.8	77.7	5.8	100.00

* Количественный анализ дан для отражения измерения концентраций элементов по глубине слоя. Действительные значения невозможно представить РСМА анализом с энергодисперсионным спектрометром.

* Quantitative analysis is given to reflect the concentration variation depending on the distance from the surface. The actual values are not possible to define by EDS analysis.

На рис. 10 представлены образцы-полоски в результате электрохимического травления (анодного растворения) после определения ТОН на установке УДИОН-2.

На рис. 11, 12 представлены эпюры ТОН, построенные по данным, полученным в результате эксперимента. Как видно, на эпюрах показана одна компонента ТОН, так как процессы ХТО протекают во всем объеме материала и образуют плоское напряженно-деформированное состояние (НДС) однородного вида, т. е. любое направление в плоскости обработки является главным, следовательно, необходимо и достаточно измерить только одно нормальное (главное) остаточное напряжение [18].

Полученные данные позволяют утверждать, что ТОН после борирования стали 3Х2В8Ф при 950 °С являются сжимающими (рис. 11) и на глубине 25...55 мкм (переходная зона) принимают минимальные значения (–180 МПа), глубина залегания активной части эпюры ТОН оценивается в 0,18 мм от поверхности. После борирования при 1050 °С (рис. 12) на поверхности возникают ТОН растяжения с максимальным

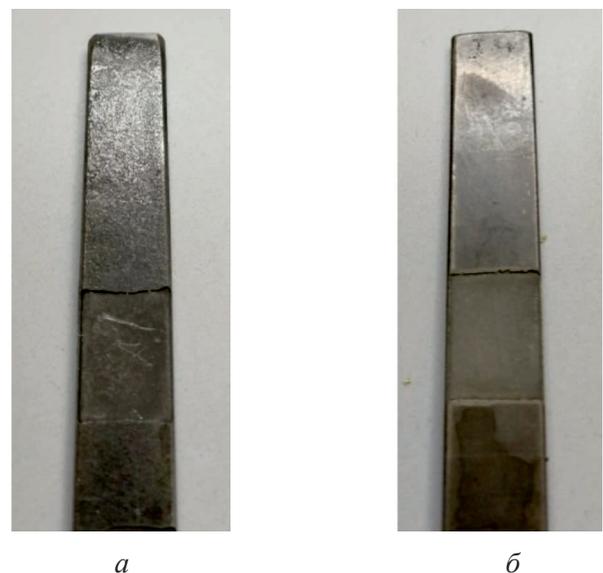


Рис. 10. Поверхность образцов-полосок в результате электрохимического травления (анодного растворения) образцов из стали 3Х2В8Ф после борирования:

a – при 950 °С; *б* – при 1050 °С

Fig. 10. The surface of sample strips as a result of electrochemical etching (anodic dissolution) of samples from steel 3Kh2V8F after boriding at:

a – 950 °С; *б* – 1050 °С

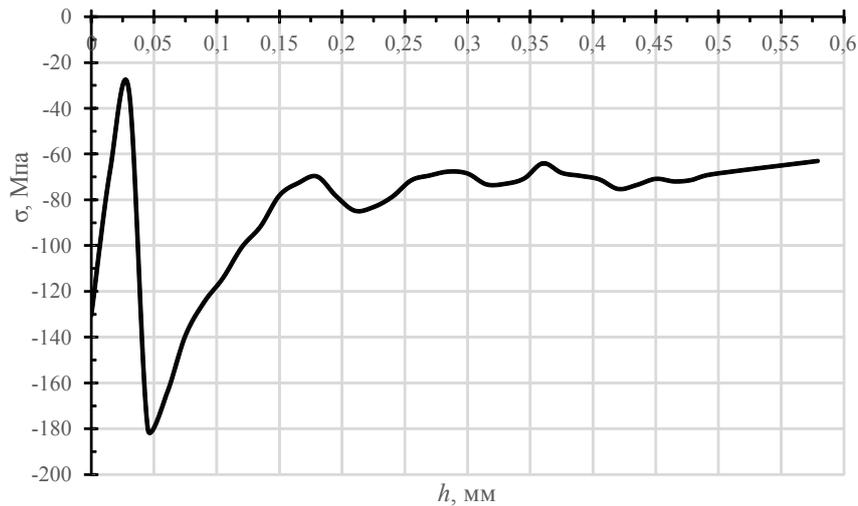


Рис. 11. Эпюра ТОН в образце после борирования при 950 °С
 Fig. 11. Diagram of residual stresses in the sample after boriding at 950 °С

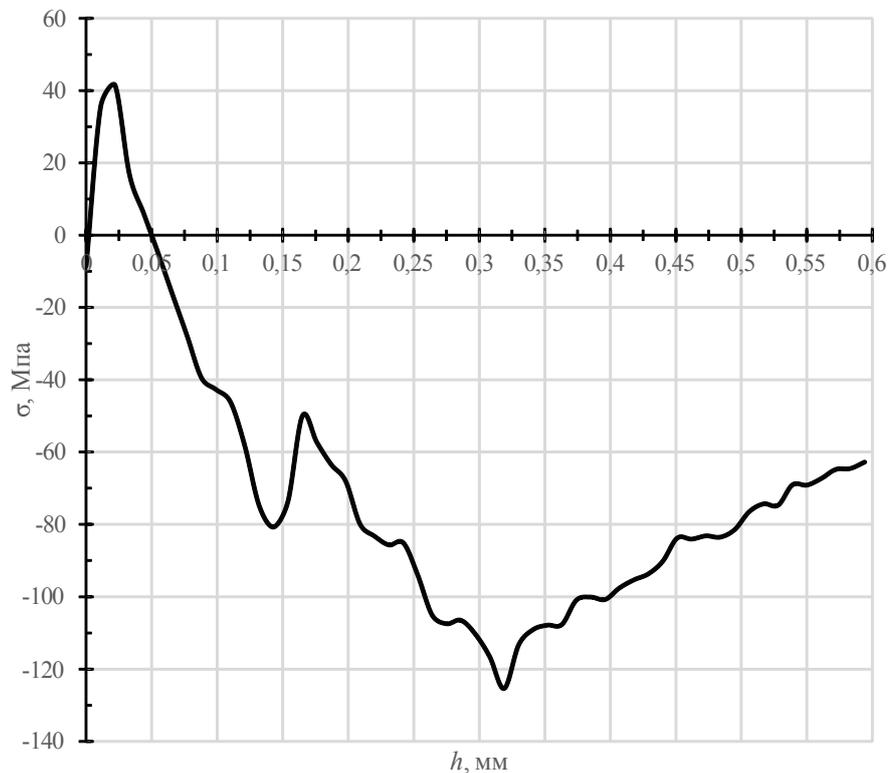


Рис. 12. Эпюра ТОН в образце после борирования при 1050 °С
 Fig. 12. Diagram of residual stresses in the sample after boriding at 1050 °С

значением 40 МПа на глубине 45...50 мкм, а затем переходят в сжимающие ТОН с минимальным значением -124 МПа в глубине основного металла, глубина залегания активной части эпюры ТОН оценивается в 0,6 мм от поверхности.

Исследования напряженного состояния борированных слоев являются частным случаем

проблемы по снижению их хрупкости, связанной с анизотропией теплового расширения боридов FeB и Fe₂B, а также их противоположным знаком ТОН. На сегодняшний день данная проблема решается формированием моноборидного слоя, состоящего из борида Fe₂B, с развитой переходной зоной. Проведенные эксперименты

выявили формирование однофазного Fe_2B -слоя после борирования при $950\text{ }^\circ\text{C}$. Несмотря на то что РФА выявил только фазу FeB для высокотемпературной ХТО, боридный слой в данном случае имеет двухфазное строение, а наличие Fe_2B под моноборидом железа подтверждается многочисленными литературными данными и частично экспериментальными, например микротвердостью [1–4, 19–22]. Таким образом, варьирование температуры борирования в двух режимах при одной выдержке привело к получению слоев с требуемым фазовым составом с целью дальнейшего исследования ТОН.

Характер распределения микротвердости хорошо коррелирует с распределением ТОН, например, высокие значения градиентов наблюдаются в диффузионном слое и в прилегающей (переходной) зоне при низкотемпературной обработке. И, напротив, после борирования при $1050\text{ }^\circ\text{C}$ характер распределения ТОН и микротвердости по толщине слоя более плавный, за исключением участка переходной зоны на глубине $105\dots 160\text{ }\mu\text{m}$, где наблюдается локальный скачок ТОН (рис. 12). Наблюдаемый перепад соответствует наименьшему содержанию вольфрама $1,8\%$ в спектре 4 (табл. 4).

Представленные исследования хорошо согласуются с литературными данными по борированию стали 3Х2В8Ф, по толщине слоя, элементному и фазовому составу, а также микротвердости [19]. При этом данная работа обогащает полученные знания исследованием ТОН, включая их корреляцию со структурно-фазовым состоянием слоев. Кроме того, исследован верхний температурный предел диффузионного борирования для данной стали, который на $50\text{ }^\circ\text{C}$ выше предела, описанного в работе [19].

Заключение

Таким образом, борирование при $950\text{ }^\circ\text{C}$ является более предпочтительным с точки зрения получения сжимающих ТОН. Тем не менее значительные колебания ТОН в диффузионном слое и в прилегающей (переходной) зоне могут негативно сказаться на эксплуатационных свойствах. Несмотря на наличие растягивающих напряжений на поверхности диффузионного слоя после высокотемпературной ХТО, распределение ТОН является более плавным, по сравнению

с низкотемпературным борированием. Кроме того, с учетом того, что после высокотемпературной ХТО диффузионный слой имеет большую глубину (до $100\text{ }\mu\text{m}$), возможно использование последующей чистовой обработки (тонкое шлифование, чистовое шлифование) с целью обеспечения эксплуатационных свойств поверхности в более широком диапазоне (размерная точность, шероховатость, уровень и знак ТОН).

Список литературы

1. Ворошин Л.Г., Менделеева О.Л., Сметкин В.А. Теория и технология химико-термической обработки. – М.: Новое знание, 2010. – 304 с. – ISBN 978-5-94735-149-1.
2. Krukovich M.G., Prusakov B.A., Sizov I.G. Plasticity of boronized layers // Springer Series in Materials Science. – 2016. – Vol. 237. – P. 111–227. – DOI: 10.1007/978-3-319-40012-9.
3. Kulka M. Trends in thermochemical techniques of boriding // Kulka M. Current trends in boriding: Techniques. – Cham, Switzerland: Springer, 2019. – P. 17–98. – DOI: 10.1007/978-3-030-06782-3_4. – (Engineering materials).
4. Химико-термическая обработка инструментальных материалов / Е.И. Бельский, М.В. Ситкевич, Е.И. Понкратин, В.А. Стефанович; под ред. Р.И. Томилиной. – Минск: Наука и техника, 1986. – 247 с.
5. Буркин С.И., Шимов Г.В., Андриюкова Е.А. Металлургия. Остаточные напряжения в металлопродукции. – М.; Екатеринбург: Юрайт, 2018. – 247 с. – ISBN 978-5-534-06500-8.
6. Пищов М.Н., Бельский С.Е. Анализ остаточных напряжений в упрочненном слое зубчатых колес трелевочного трактора после проведения химико-термической обработки // Труды БГТУ. Серия 2, Лесная и деревообрабатывающая промышленность. – 2010. – Вып. 18. – С. 294–298.
7. Оценка влияния химико-термической обработки на сопротивление усталости образцов при нормальной и повышенной температурах / В.Ф. Павлов, В.С. Вакулюк, О.С. Афанасьева, А.С. Букатый // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета. – 2012. – № 5 (36). – С. 113–119.
8. Sawicki J., Kruszyński B., Wójcik R. The influence of grinding conditions on the distribution of residual stress in the surface layer of 17CrNi6-6 steel after carburizing // Advances in Science and Technology Research Journal. – 2017. – Vol. 11 (2). – P. 17–22. – DOI: 10.12913/22998624/67671.
9. Surface processing technology in improving operational properties of hot-work tool steel / N.S. Ulakhanov, U.L. Mishigdorzhiiyn, A.D. Greshilov,



A.G. Tikhonov, I.N. Ryzhikov // AER-Advances in Engineering Research. – 2019. – Vol. 188. – P. 362–366. – DOI: 10.2991/aviaent-19.2019.67.

10. Влияние ультразвуковой обработки на физико-механические свойства борированного слоя / Л.М. Нечаев, Н.Б. Фомичева, И.Ю. Канунникова, Е.В. Маркова // Современные наукоемкие технологии. – 2008. – № 9. – С. 16–19.

11. Остаточные напряжения после ХТО и БУФО / Н.И. Федотов, Ю.П. Хараев, А.Д. Грешилов, Л.А. Куркина // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2011. – Т. 8, № 4. – С. 37–39.

12. *Sizov I.G.; Mishigdorzhyn U.L.; Polyansky I.P.* Boroaluminized carbon steel // Encyclopedia of Iron, Steel and Their Alloys / ed. by R. Colás, G.E. Totten. – New York: Taylor and Francis, 2016. – P. 346–357. – DOI: 10.1081/e-eisa-120049887.

13. Патент 2121666 Российская Федерация, МКИ 3 G 01 L 1/06. Способ определения остаточных напряжений / Замашников Ю.И. – № 96107536/28; заявл. 18.04.96, опубл. 10.11.98, Бюл. № 31.

14. *Tikhonov A.G., Pashkov A.E.* Comparative study of residual stresses when turning HSS-5 steel with varying feed // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 632. – P. 012113. – DOI: 10.1088/1757-899X/632/1/012113.

15. Программный модуль расчета остаточных напряжений по данным, полученным методом удаления слоев: свидетельство о гос. регистрации программ для ЭВМ № 2015663438 / Замашников Ю.И., Толстихин К.В. – № 2015619838; заявл. 16.10.15, опубл. 20.01.16, Бюл. № 2.

16. *Zamashchikov Yu.I.* Surface residual stress measurements by layer removal method // International

Journal of Machining and Machinability of Materials. – 2014. – Vol. 16 (3–4). – P. 187–211. – DOI: 10.1504/IJMMM.2014.067307.

17. *Lentz L., Röttger A., Theisen W.* Hardness and modulus of Fe₂B, Fe₃(C,B), and Fe₂₃(C,B)₆ borides and carboborides in the Fe-C-B system // Materials Characterization. – 2018. – Vol. 35. – P. 192–202. – DOI: 10.1002/srin.201000255.

18. Технология экспериментальных исследований. В 2 кн. Кн. 2 / под ред. С.А. Зайдеса. – Иркутск: Изд-во Иркут. гос. техн. ун-та, 2011. – С. 121–158. – ISBN 978-5-8038-0719-3.

19. *Ворошин Л.Г.* Борирование промышленных сталей и чугунов: справочное пособие. – Минск: Беларусь, 1981. – 205 с.

20. *Jurči P., Hudáková M.* Diffusion boronizing of H11 hot work tool steel // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2011. – Vol. 20. – P. 1180–1187. – DOI: 10.1007/s11665-010-9750-x.

21. Tribocorrosion and cytotoxicity of FeB-Fe₂B layers on AISI 316 L steel / I. Campos-Silva, M. Palomar-Pardavé, R. Pérez Pastén-Borja, O. Kahvecioglu Feridun, D. Bravo-Bárceñas, C. López-García, R. Reyes-Helguera // Surface and Coatings Technology. – 2018. – Vol. 349. – P. 986–997. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.05.085.

22. The growth of single Fe₂B phase on low carbon steel via phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB) / G. Kartal, S. Timur, V. Sista, O.L. Eryilmaz, A. Erdemir // Surface and Coatings Technology. – 2011. – Vol. 206. – P. 2005–2011. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.08.049.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2021 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



Obrabotka metallov - Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



The structure, phase composition, and residual stresses of diffusion boride layers formed by thermal-chemical treatment on the die steel surface

Undrakh Mishigdorzhiiyn^{1, 2, a, *}, Nikolay Ulakhanov^{2, 1, b}, Aleksandr Tikhonov^{3, 2, c}, Pavel Gulyashinov^{4, 2, d}

¹ Institute of Physical Material Science of the Siberian Branch of the RAS, 6 Sakhyanovoy str., Ulan-Ude, 670047, Russian Federation

² East Siberia State University of Technology and Management, 40V Kluchevskaya str, Ulan-Ude, 670013, Russian Federation

³ Irkutsk National Research Technical University, 83 Lermontov str., Irkutsk, 664074, Russian Federation

⁴ Baikal Institute of Nature Management Siberian branch of the Russian Academy of sciences, 6 Sakhyanovoy str., Ulan-Ude, 670047 Russian Federation

^a <https://orcid.org/0000-0002-7863-9045>, undrakh@ipms.bscnet.ru, ^b <https://orcid.org/0000-0002-0635-4577>, nulahanov@mail.ru,

^c <https://orcid.org/0000-0002-4917-9916>, tihonovalex90@mail.ru, ^d <https://orcid.org/0000-0001-6776-9314>, gulpasha@mail.ru.

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 18 apr 2021

Revised: 05 April 2021

Accepted: 17 April 2021

Available online: 15 June 2021

Keywords:

Thermal-chemical treatment (TCT)

Surface layer quality

Boriding

Residual stresses

Structural state

Phase composition

Die steel

Funding

The research was supported by a grant from the Russian Science Foundation (project 19-79-10163).

Acknowledgements

The authors are grateful to Svetlana Mantstova for translation the English-language section of the paper.

ABSTRACT

Introduction. Control and management of technological residual stresses (TRS) are among the most critical mechanical engineering technology tasks. Boriding can provide high physical and mechanical properties of machine parts and tools with minimal impact on the stress state in the surface layers. **The purpose of this work** is to determine the temperature modes of diffusion boriding, contributing to a favorable distribution of TRS in the surface layer of die steel 3Kh2V8F. The paper considers the results of studies on the TRS determination by the experimental method on the UDION-2 installation in diffusion layers on the studied steel surface. Boriding was carried out in containers with a powder mixture of boron carbide and sodium fluoride as an activator at a temperature of 950 °C and 1050 °C for 2 hours. The obtained samples of steels with a diffusion layer were examined using an optical microscope and a scanning electron microscope (SEM); determined the layers' microhardness, elemental, and phase composition. The experiments resulted in the following findings: as the boriding temperature rose from 950 °C to 1050 °C, the diffusion layer's thickness increased from 20 to 105 μm. The low-temperature mode of thermal-chemical treatment (TCT) led to the formation of iron boride Fe₂B with a maximum boron content of 6 % and a microhardness up to 1250 HV. A high-temperature mode resulted in FeB formation with a top boron content of 11 % and a microhardness up to 1880 HV. **Results and Discussions.** It is found that boriding at 950 °C led to a more favorable distribution of compression TRS in the diffusion layer. However, significant TRS fluctuations in the diffusion layer and the adjacent (transitional) zone could affect the operational properties after TCT at a given temperature. An increase in the TCT temperature led to tensile TRS's appearance in the layer's upper zone at a depth of up to 50 μm from the surface. Despite tensile stresses on the diffusion layer surface after high-temperature TCT, the distribution of TCT is smoother than low-temperature boriding.

For citation: Mishigdorzhiiyn U.L., Ulakhanov N.S., Tikhonov A.G., Gulyashinov P.A. The structure, phase composition, and residual stresses of diffusion boride layers formed by thermal-chemical treatment on the die steel surface. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2021, vol. 23, no. 2, pp. 147–162. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-147-162. (In Russian).

* Corresponding author

Mishigdorzhiiyn Undrakh L., Ph.D. (Engineering), Head of the laboratory
 Institute of Physical Material Science of the Siberian Branch of the RAS
 6 Sakhyanovoy str.,
 670047, Ulan-Ude, Russian Federation
 Tel.: 8 (3012) 43-48-70, e-mail: undrakh@ipms.bscnet.ru

References

1. Voroshnin L.G., Mendeleeva O.L., Smetkin V.A. *Teoriya i tekhnologiya khimiko-termicheskoi obrabotki* [Theory and technology of chemical and heat treatment]. Moscow, Novoe znanie Publ., 2010. 304 p. ISBN 978-5-94735-149-1.
2. Krukovich M.G., Prusakov B.A., Sizov I.G. Plasticity of boronized layers. *Springer Series in Materials Science*, 2016, vol. 237, pp. 111–227. DOI: 10.1007/978-3-319-40012-9.
3. Kulka M. Trends in thermochemical techniques of boriding. Kulka M. *Current trends in boriding: Techniques*. Cham, Switzerland, Springer, 2019, pp. 17–98. DOI: 10.1007/978-3-030-06782-3_4.
4. Bel'skii E.I., Sitkevich M.V., Ponkratin E.I., Stefanovich V.A. *Khimiko-termicheskaya obrabotka instrumental'nykh materialov* [Chemical and thermal treatment of tool materials]. Minsk, Nauka i tekhnika Publ., 1986. 247 p.
5. Burkin S.I., Shimov G.V., Andryukova E.A. *Metallurgiya. Ostatochnye napryazheniya v metalloproduksii* [Metallurgy. Residual stresses in metal products]. Moscow, Ekaterinburg, Yurait Publ., 2018. 247 p. ISBN 978-5-534-06500-8.
6. Pishchov M.N., Bel'skii S.E. Analiz ostatochnykh napryazhenii v uprochnennom sloe zubchatykh koles trelevochnogo traktora posle provedeniya khimiko-termicheskoi obrabotki [Analysis of residual stresses in the hardened layer of skidder gear wheels after chemical and thermal treatment]. *Trudy BGTU. Seriya 2, Lesnaya i derevoobrabatvayushchaya promyshlennost' = Proceedings of BSTU. Series 2, Forest and Woodworking Industry*, 2010, iss. 18, pp. 294–298.
7. Pavlov V.F., Vakuljuk V.S., Afanasieva O.S., Bukaty A.S. Otsenka vliyaniya khimiko-termicheskoi obrabotki na soprotivlenie ustalosti obrastsov pri normal'noi i povyshennoi temperaturakh [Evaluation of thermochemical treatment influence on fatigue strength of specimens under normal and high temperatures]. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta = Vestnik of Samara State Aerospace University*, 2012, no. 5 (36), pp. 113–119.
8. Sawicki J., Kruszyński B., Wójcik R. The influence of grinding conditions on the distribution of residual stress in the surface layer Of 17CrNi6-6 steel after carburizing. *Advances in Science and Technology Research Journal*, 2017, vol. 11 (2), pp. 17–22. DOI: 10.12913/22998624/67671.
9. Ulakhanov N.S., Mishigdorzhiiyn U.L., Greshilov A.D., Tikhonov A.G., Ryzhikov I.N. Surface processing technology in improving operational properties of hot-work tool steel. *AER-Advances in Engineering Research*, 2019, vol. 188, pp. 362–366. DOI: 10.2991/aviaent-19.2019.67.
10. Nechaev L.M., Fomicheva N.B., Kanunnikova I.Yu., Markova E.V. Vliyanie ul'trazvukovoi obrabotki na fiziko-mekhanicheskie svoystva borirovannogo sloya [Influence of ultrasound treatment on physical and mechanical properties of boronized layer]. *Sovremennye naukoemkie tekhnologii = Modern high technologies*, 2008, no. 9, pp. 16–19.
11. Fedotov N.I., Kharaev Yu.P., Greshilov A.D., Kurkina L.A. Ostatochnye napryazheniya posle KhTO i BUFO [Residual stresses after TCT and BUFO]. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya = Basic Problems of Material Science*, 2011, vol. 8, no. 4, pp. 37–39.
12. Sizov I.G., Mishigdorzhiiyn U.L., Polyansky I.P. Boroaluminized carbon steel. *Encyclopedia of Iron, Steel and Their Alloys*. Ed. by R. Colás, G.E. Totten. New York, Taylor and Francis, 2016, pp. 346–357. DOI: 10.1081/e-eisa-120049887.
13. Zamashchikov Yu.I. *Sposob opredeleniya ostatochnykh napryazhenii* [Method for determining residual stresses]. Patent RF, no. 2121666, 1998.
14. Tikhonov A.G., Pashkov A.E. Comparative study of residual stresses when turning HSS-5 steel with varying feed. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 632, p. 012113. DOI: 10.1088/1757-899X/632/1/012113.
15. Zamashchikov Yu.I., Tolstikhin K.V. *Programmnyi modul' rascheta ostatochnykh napryazhenii po dannym, poluchennym metodom udaleniya sloev* [Software module for calculating residual stresses based on data obtained by the layer removal method]. The Certificate on official registration of the computer program. No. 2015619838, 2016.
16. Zamashchikov Yu.I. Surface residual stress measurements by layer removal method. *International Journal of Machining and Machinability of Materials*, 2014, vol. 16 (3–4), pp. 187–211. DOI: 10.1504/IJMMM.2014.067307.
17. Lentz L., Röttger A., Theisen W. Hardness and modulus of Fe_2B , $Fe_3(C,B)$, and $Fe_{23}(C,B)_6$ borides and carboborides in the Fe-C-B system. *Materials Characterization*, 2018, vol. 35, pp. 192–202. DOI: 10.1002/srin.201000255.

18. Zaides S.A., ed. *Tekhnologiya eksperimental'nykh issledovaniy*. V 2 kn. Kn. 2 [Technology of experimental studies. In 2 bk. Bk. 2]. Irkutsk, Irkutsk State Technical University Publ., 2011, pp. 121–158. ISBN 978-5-8038-0719-3.
19. Voroshnin L.G. *Borirovanie promyshlennykh staley i chugunov* [Boronizing of industrial steels and cast iron]. Minsk, Belarus' Publ., 1981. 205 p.
20. Jurči P., Hudáková M. Diffusion boronizing of H11 hot work tool steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2011, vol. 20, pp. 1180–1187. DOI: 10.1007/s11665-010-9750-x.
21. Campos-Silva I., Palomar-Pardavé M., Pérez Pastén-Borja R., Kahvecioglu Feridun O., Bravo-Bárcenas D., López-García C., Reyes-Helguera R. Tribocorrosion and cytotoxicity of FeB-Fe₂B layers on AISI 316 L steel. *Surface and Coatings Technology*, 2018, vol. 349, pp. 986–997. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.05.085.
22. Kartal G., Timur S., Sista V., Eryilmaz O.L., Erdemir A. The growth of single Fe₂B phase on low carbon steel via phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB). *Surface and Coatings Technology*, 2011, vol. 206, pp. 2005–2011. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.08.049.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2021 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).