



УДК 621.794.4

Поступила 10.07.2014

А. Л. ВАЛЬКО, П. И. ПАПКОВСКИЙ, С. П. РУДЕНКО, Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Л. Р. ДУДЕЦКАЯ, Физико-технический институт НАН Беларуси

ОСОБЕННОСТИ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРЫ ЛИТОГО МЕТАЛЛА ИЗ ОТХОДОВ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5

Выявлены особенности металлографических исследований структуры металла электрошлаковым переплавом отходов быстрорежущей стали. Установлено, что для надежного выявления многофазной структуры быстрорежущей стали необходимо особое внимание уделять методике приготовления металлографических шлифов и способам их травления.

Techniques metallographic researches of structure and definition of size of grain of tool steels are offered. The structure of the fast-cutting steel received by a method electroslag remelting from a waste of tool manufacture is investigated.

Введение

Эффективность работы инструментального производства промышленных предприятий во многом зависит от качества металла инструмента и технологии его изготовления. Изготовление литого режущего инструмента из собственных отходов быстрорежущей стали взамен горячедеформированного позволяет значительно упростить и удешевить технологию производства, получить экономию материалов и рабочей силы, но по ряду причин не может претендовать на полное вытеснение его изготовления из кованого и прокатного материала. Тем не менее, широкое внедрение литого режущего инструмента, изготовленного из собственных отходов производства, является весьма актуальной задачей.

На многих машиностроительных предприятиях уже имеется опыт производства литого режущего инструмента, но результаты исследований, проведенных на различных предприятиях, и данные эксплуатационных свойств литого инструмента весьма противоречивы.

Основными направлениями изготовления литого режущего инструмента являются использование точных методов отливки инструмента и производство литого металла для последующей термомеханической обработки и дальнейшего изготовления инструмента.

При точных методах получения литого инструмента упрощается его механическая обработка, отпадает необходимость смягчающего отжига, а ино-

гда и закалки. Многочисленные исследования литого инструмента, полученного из быстрорежущей стали точными методами литья, выявляют высокую ее стойкость, что позволяет этой стали конкурировать во многих случаях с кованным инструментом в производственных условиях [1].

Получение литого металла и процесс изготовления инструмента имеют свои особенности. Быстрорежущие стали относятся к карбидному классу и слишком большой развес слитков влечет за собой грубую литую структуру и сопровождается неумеренной ликвацией. В структуре такой быстрорежущей стали формируется сложная ледебуритная эвтектика, которая располагается по границам зерен. Для стали Р6М5 характерна преимущественно пластинчатая эвтектика, состав карбида которой соответствует формуле M_2C , но при высоких скоростях охлаждения на базе этого же карбида может образовываться и стержневая эвтектика. Кроме пластинчатой и стержневой, в структуре стали Р6М5 встречаются скелетообразная (M_6C) и ванадиевая (MC) эвтектики, количество которых в значительной степени зависит от условий кристаллизации стали. В деформированном и отожженном состоянии фазовый состав стали представляет собой легированный феррит и карбиды хрома $M_{23}C_6$ и M_7C_3 , молибдена и вольфрама M_6C и M_2C , ванадия и ниобия MC . В феррите растворена большая часть хрома, в то время как вольфрам, молибден и ванадий связаны в карбидах. Различают три вида карбидов: крупные обособленные пер-

вичные карбиды, более мелкие вторичные и входящие в основной сорбитный фон мельчайшие эвтектоидные карбиды [2]. Крупнозернистую структуру литой стали можно измельчить только путемковки в сочетании с промежуточным отжигом. По существующим нормам слиток должен подвергаться не менее 10–12-кратному укову для придания ему достаточной однородности и более или менее благоприятного распределения карбидов [1, 3].

Особенности структурных превращений, теплостойкость и работоспособность инструмента определяются степенью структурной однородности. Карбидная неоднородность является важнейшей характеристикой быстрорежущих сталей и контролируется по шкале ГОСТ 19265–73. Однако необходимо отметить, что вопрос о значении карбидной неоднородности в литой быстрорежущей стали не является для современной теории бесспорным и окончательно решенным. Некоторые исследователи, которые предъявляют к структуре быстрорежущей стали весьма высокие требования, считая, что всякое проявление неоднородности значительно снижает ее режущие качества, а, с другой стороны, имеется направление, которое не столь жестко связывает работоспособность быстрорежущей стали с ее карбидной неоднородностью. В литературных источниках есть указания на то, что карбидная неоднородность в умеренном количестве никоим образом не доказывает дефектности быстрорежущей стали [1, 4].

Наряду с величиной, формой и равномерностью распределения карбидов важное значение имеет и величина действительного зерна стали. В процессе нагрева под закалку в первую очередь происходит растворение мелких, располагающихся по границам зерен карбидов, что неизбежно приводит к росту аустенитного зерна и снижению вязкости стали.

Грубая сетка в микроструктуре крупных слитков быстрорежущих сталей появляется вследствие слишком медленной кристаллизации отливки. При возможности быстрой кристаллизации слитка его структура становится более однородной и мелкозернистой, механические свойства металла такой отливки заметно повышаются.

Главными причинами, по которым литой инструмент не находит широкого применения в промышленности, являются высокая газонасыщенность металла, наличие в слитках зональной ликвации, присутствие в структуре грубой ледебуритной эвтектики, что снижает механические свойства стали и стойкость инструмента [5].

Частичному устранению этих недостатков способствует электрошлаковый переплав (ЭШП) [6].

В быстрорежущих сталях электрошлакового переплава карбиды приобретают округлую форму, мельче по размерам и распределены более равномерно [7]. Эти факторы играют положительную роль при производстве режущего инструмента.

Дополнительное улучшение структуры литой быстрорежущей стали электрошлакового переплава достигается за счет термической обработки: предварительной (высокотемпературный гомогенизирующий отжиг или изотермический отжиг) и окончательной (закалка с последующим отпуском). Однако устранить грубую эвтектическую сетку первичных карбидов, если она получена при кристаллизации расплава, при этом не удается [5, 7].

Механические свойства стали и стойкость режущего инструмента зависят от структурного состояния материала, которое оценивают в процессе микроструктурных исследований стали. Достоверность результатов исследований в значительной мере зависит от качества приготовления шлифов и применяемого травления. Однако в литературе мало практических материалов по методическому сопровождению металлографических исследований структур литых быстрорежущих сталей, полученных методом ЭШП отходов собственного производства.

Цель работы – методическое сопровождение металлографических исследований структуры металла ЭШП, полученного переделом собственных отходов быстрорежущей стали.

Методика подготовки и проведения исследований

При металлографических исследованиях структуры однофазных сплавов под действием химических реактивов прежде всего выявляются границы между отдельными зернами. В многофазных сплавах, присущих быстрорежущим сталям, вначале выявляют общую микроструктуру, а затем применяют способ избирательного выявления фаз и структурных составляющих.

В общем случае, чем больше физико-химическое различие фаз в многофазном сплаве, тем быстрее и лучше они выявляются. Выявление фаз, мало отличающихся по растворимости в данных условиях, сводится лишь к очерчиванию их границ. Интенсивность процессов при химическом травлении многофазных сплавов обусловлена различием в природе фаз и агрессивностью взаимодействующей среды и характеризуется высокой быстротечностью. В связи с этим необходимо отслеживать время процесса и не доводить его до глубокого разъедания металла. В электрохимической паре «граница зерна – поверхность зерна» величина электродного потенциала границы больше, поэтому растворение металла по границе зерна проис-

ходит с большей скоростью. Границы зерен после травления обозначаются тонкими темными линиями на поверхности шлифа. Повышение температуры и увеличение продолжительности травления приводит к интенсивному растворению слоев металла по зернам, границы зерен становятся более углубленными и широкими. Твердые фазы распознаются по их выступающему рельефу.

Металлографическое травление образца выполняют одним из следующих способов: погружают в раствор полированной поверхностью кверху или книзу либо втирают реактив ватой, либо смачивают поверхность образца из капельницы или пипетки. Втирание ватой применяют в случаях использования реагентов, слабо взаимодействующих с металлом или образующих поверхностные пленки, препятствующие доступу раствора. Действие подобных реактивов усиливается с доступом воздуха к поверхности шлифа.

Продолжительность травления определяется применяемым оптическим увеличением: для малого увеличения следует травить дольше. Основным признаком протравленности шлифов является слабое потускнение полированной поверхности. Промывают шлифы после травления струей теплой проточной воды. Чрезмерная, а также недостаточная продолжительность промывки приводит к окислению поверхности шлифа. После промывки водой образцы необходимо промыть в спирте и подвергнуть сушке обдувом струей теплого воздуха. Если образец недотравлен, его после кратковременной механической или электролитической полировки подвергают повторному травлению. Для выявления ряда структур требуется многократная полировка, чередующаяся с травлением. Однако при наличии составляющих, резко различающихся по твердости и травимости, попеременное травление с полировками хуже однократного, так как приводит к разъеданию границ фаз или образованию рельефа.

Агрессивность кислот и щелочей определяется величиной активной концентрации в растворе ионов H^+ и OH^- , которая зависит от диссоциирующей способности растворителя. Поэтому водные растворы кислот и щелочей – более резкие и интенсивные травители, чем спиртовые. Интенсивность растворяющего воздействия реактива тем больше, чем больше диссоциирующая способность растворителя. Для увеличения скорости травления и получения контрастности применяют водные растворы, для выявления тонких деталей структуры – спиртовые, уменьшающие интенсивность окисления поверхности шлифа при травлении и сушке.

Из неорганических кислот универсальное применение имеют азотная и пикриновая, в различной

концентрации применяемые для выявления микроструктуры всех сплавов. Растворы, действующие как окислители или на основе взаимообмена с данной фазой, способствуют окраске зерен. При воздействии на поверхность шлифа азотной кислоты образуется оксидная пленка малой толщины, которая с увеличением толщины приобретает цвет от светло-желтого до темно-бурого. Продукты взаимодействия азотной кислоты и металлов в большинстве случаев растворимы. Исключение составляют оксиды, плотно оседающие на поверхности, удаление которых возможно только энергичным протиранием образцов при травлении или введением специальных реагентов-растворителей. При низких температурах азотная кислота выявляет преимущественно границы зерен, а при $35\text{ }^\circ\text{C}$ и выше служит средством интенсивного поверхностного травливания металла.

Пикриновая кислота действует менее энергично, чем азотная, мало окисляет поверхность шлифа и используется при выявлении границ зерен стали. Для выявления дисперсной структуры целесообразнее использовать растворы пикриновой кислоты в амиловом спирте, замедляющем действие реактива. Травление в водном растворе пикриновой кислоты при нагреве с доступом воздуха связано с протеканием процессов растворения металла и образованием оксидных пленок, в результате чего получают окрашенные участки. Часто используют реактивы с пикриновой кислотой после разрыхления границ зерен путем предварительного кратковременного травления азотной кислотой.

Смеси концентрированных азотной и соляной кислот сразу же после составления действуют резко и вызывают точечное разъедание, поэтому в большинстве случаев их употребляют через одни – двое суток. Для смягчения действия раствора применяют глицерин, замедляющий разъедание и увеличивающий вязкость раствора.

Способ травления быстрорежущей стали выбирают в зависимости от ее состояния. Структуру сталей в литом состоянии с ледебуритной эвтектикой, мартенситом или трооститом и частично не распавшимся аустенитом выявляют царской водкой в равном соотношении с глицерином. Перед травлением требуется предварительный прогрев образца в горячей воде, а также многократная полировка и травление для выявления границ фаз.

Структура закаленной и отпущенной быстрорежущей стали, состоящая из мартенсита, аустенита и карбидов, выявляется растворами азотной или пикриновой кислот, однако в этом случае имеют место свои особенности. После травления закаленной быстрорежущей стали в спиртовом растворе

азотной кислоты обнаруживаются только границы зерен, в то время как поверхность зерен остается светлой. Сказывается легирование твердого раствора хромом, ванадием и молибденом. При травлении закаленной и отпущенной быстрорежущей стали в растворах азотной кислоты сложнее установить границы зерен, так как мартенситный рельеф вытравливается в первую очередь [8]. Зерно аустенита, сформированное при нагреве под закалку, сохраняется как в закаленной, так и отпущенной стали [9]. Это связано с тем, что в процессе охлаждения при закалке кристаллы мартенсита образуются в пределах границ зерна аустенита. Быстрорежущие стали отличает высокая дисперсность, что создает определенные трудности при дифференциации мартенситно-аустенитной структуры. При наличии 10–15% остаточного аустенита металлографически, при оптическом увеличении до 1000, выявить его невозможно в связи с тем, что участки аустенита соизмеримы с иглой мартенсита.

После полного цикла термообработки для определения границ действительного зерна быстрорежущей стали наиболее часто применяют пересыщенный водный раствор пикриновой кислоты с добавками поверхностно-активных веществ или сильно окисляющие реактивы с азотной и (или) соляной кислотой, а также раствор с хлорным железом. Используют также электролитическое травление в 10%-ном растворе соляной кислоты. Последний способ выявляет границы зерен наиболее четко [8].

При изучении микроструктуры быстрорежущих сталей для идентификации карбидов и их оптического разделения используют окрашивающее, за счет образования оксидных пленок или осаждения химических соединений, травление металлографическими реактивами [8]. Раствор едкой щелочи позволяет по продолжительности действия установить природу карбида: цементит и вольфраמיד окрашиваются в более короткое время, чем карбид вольфрама. Раствор цианистого калия (яд!) или едкой щелочи с перекисью водорода более интенсивно окрашивает карбид вольфрама, не окрашивая цементита или придавая ему слабую окраску. Раствор цианистого натрия позволяет отличить карбид ванадия от всех остальных карбидов. При совместном присутствии различных карбидов и вольфрамидов щелочной раствор красной кровяной соли избирательно окрашивает карбиды и интерметаллиды. Последовательное травление этим и другими реактивами позволяет выявить природу фаз.

Согласно ГОСТ 19265–73, основным реактивом для контроля структуры проката быстрорежущей стали является 4–10%-ный спиртовой раствор

азотной кислоты. ГОСТ 5639–82 рекомендует несколько универсальных и специальных реактивов для выявления границ действительного зерна быстрорежущих сталей, причем к универсальным относятся растворы пикриновой кислоты с добавками поверхностно-активных веществ и хлористой меди, а к специальным – растворы соляной кислоты с добавками хлористой меди или хлорного железа.

В процессе выполнения данной работы установлено, что при травлении как отожженных, так и закаленных и высокоотпущенных образцов из стали Р6М5 в 4%-ном растворе азотной кислоты и реактиве с пикриновой кислотой выявленная микроструктура имеет существенные отличия, которые заключаются в контрастности и дифференциации обнаруженных фаз и границ зерен.

Данное обстоятельство обусловило необходимость выработки дифференцированного подхода в выборе металлографических реактивов.

Для выявления микроструктуры быстрорежущей стали использовали 4%-ный раствор азотной кислоты в этиловом спирте, а для выявления границ действительного зерна – доработанный реактив на основе водного раствора пикриновой кислоты [10].

Перед травлением шлифов поверхность образцов активизировали кратковременной полировкой и промыванием спиртом. При погружении образца в металлографический реактив во избежание образования пузырьков воздуха или оседания продуктов травления его покачивали, обеспечивая, тем самым, взаимодействие свежего реактива с травимой поверхностью. Продолжительность травления в зависимости от применяемого оптического увеличения составляла: при увеличении 100 – 4 мин, при увеличении 400–600 – 3 мин. После травления шлифы промывали струей теплой проточной воды в течение 10 с. Далее образцы промывали в спирте и подвергали сушке обдувом струей теплого воздуха.

Микроструктурные исследования стали проводили на микроскопе VERTIVAL при увеличениях 100, 400, 500 и 600. Микроструктуру стали после определенной термической обработки изучали в центральной и периферийной части образцов.

Микротвердость измеряли по методу Роквелла на приборе ПМТ-3М.

Результаты исследований

Получение литой заготовки осуществляли переплавом отходов быстрорежущей стали (протяжки) методом электрошлакового литья (ЭШП) в охлаждаемом кристаллизаторе по одностадийной схеме процесса.

Для исследований микроструктуры металла из слитка конической формы высотой 100 мм и диаметром в верхней части 80 мм была отрезана шайба толщиной 10 мм, которую подвергали изотермическому отжигу в камерной печи «СНОЛ» по режиму: нагрев до 850 °С, выдержка 2 ч, охлаждение с печью до 750 °С, выдержка 3 ч и последующее охлаждение с печью до 200 °С, скорость охлаждения 20 °С /ч. Шайбу разрезали на образцы (сектора), закалку которых проводили в соляных ваннах по режиму: предварительный подогрев в соляной ванне до температуры 880 °С, выдержка 4 мин, окончательный нагрев в хлорбариевой ванне до 1222 + 2 °С, выдержка 2 мин, охлаждение в масле до температуры 450–500 °С, выдержка 7 мин, дальнейшее охлаждение на воздухе.

Один образец после закалки подвергали двукратному отпуску в камерной печи «SNOL-8.2/1100» при температуре 560 °С с выдержкой 1 ч и охлаждением на воздухе.

Результаты исследования химического состава стали методом эмиссионно-спектрального анализа показали соответствие по основным элементам нормам ГОСТ 19265–73 для стали марки Р6М5. В то же время в составе стали присутствует целая гамма не указанных в нормах ГОСТ 19265–73 химических элементов. Развернутый химический состав исследованной стали марки Р6М5-Ш:

0,872 % С; 5,59 % W; 5,15 % Мо; 3,9 % Cr; 1,818 % V; 0,296 % Ni; 0,50 % Si; 0,534 % Mn; 0,011 % S; 0,035 % P; 0,225 % Cu; 0,393 % Co; 0,003 % Zr; 0,0007 % В; 0,046 % Al; 0,002 % Ti; 0,009 % Nb; 0,0001 % > Ca; 0,016 % Sb; 0,001 % As; 0,005 % Sn; 0,004 % Pb; 0,001 % Zn; 0,001 % > Bi; 0,001 % > Se; 0,006 % Mg; 67,1 % Fe.

Исследования макроструктуры сплава в различных сечениях верхней части слитка позволили определить, что металл имеет высокую плотность, без рыхлот, пористости, дефекты усадочного характера и крупные неметаллические включения отсутствуют.

После изотермического отжига микроструктура стали представляет собой троостит, вторичные карбиды и эвтектическую ледебуритную сетку, выделившуюся в процессе кристаллизации (рис. 1).

Микроструктура стали, выявленная травлением по патенту [10], по сравнению с травлением в 4 %-ном растворе азотной кислоты отличается контрастностью и дифференцированным выявлением фаз и границ зерен (рис. 2). Величина зерна соответствует № 10–11 ГОСТ 5639–82 (рис. 2, б, з). Отметим, что установление границ зерен в литой некованой стали после закалки затруднено по причине высокой неоднородности мартенсита. Мартенситный рельеф поверхности зерен вытравливается одновременно с границами зерен.

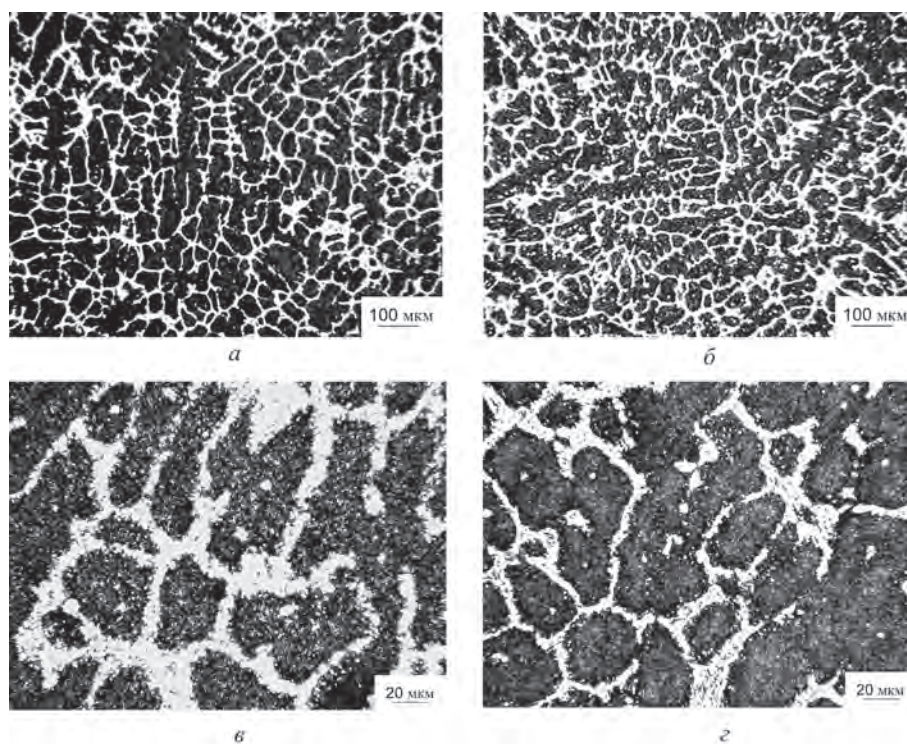


Рис 1. Микроструктура поперечного образца из стали Р6М5 после изотермического отжига: ледебуритная эвтектика, троостит и вторичные карбиды. Травление в 4 %-ном растворе азотной кислоты: а – центр слитка. $\times 100$; б – периферийная часть слитка. $\times 100$; в – центр слитка. $\times 500$; з – периферийная часть слитка. $\times 500$

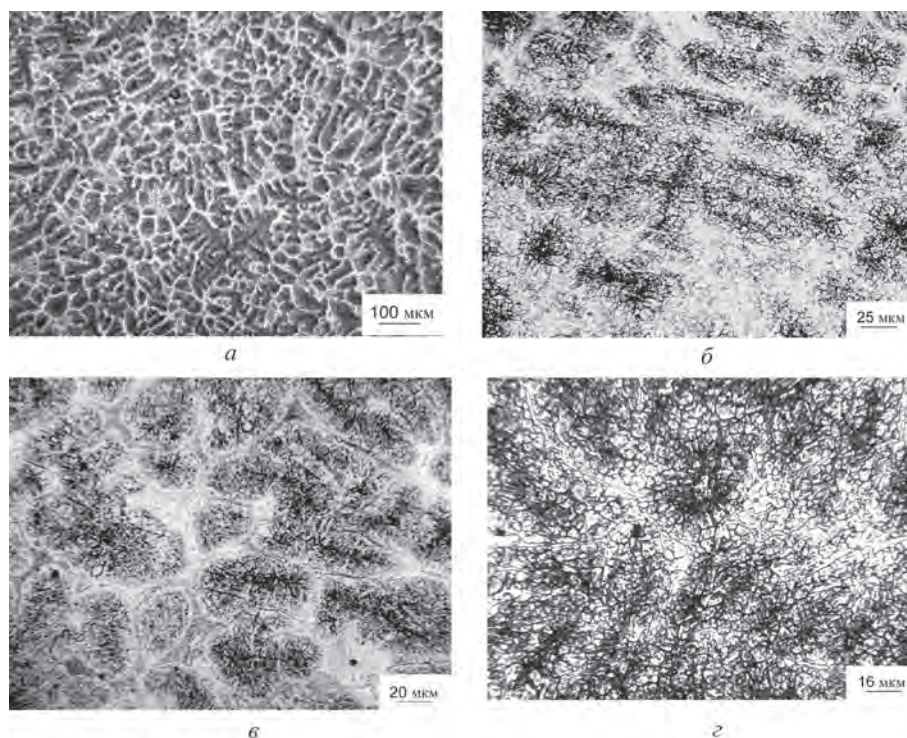


Рис. 2. Микроструктура поперечного образца из стали Р6М5 после изотермического отжига и закалки: ледебуритная эвтектика, мартенсит, остаточный аустенит и вторичные карбиды, зерно № 10–11 по ГОСТ 5639-82: *а* – травление в 4%-ном растворе азотной кислоты. $\times 100$; *б* – травление по патенту [10]. $\times 400$; *в* – травление в 4%-ном растворе азотной кислоты. $\times 500$; *г* – травление по патенту [10]. $\times 600$

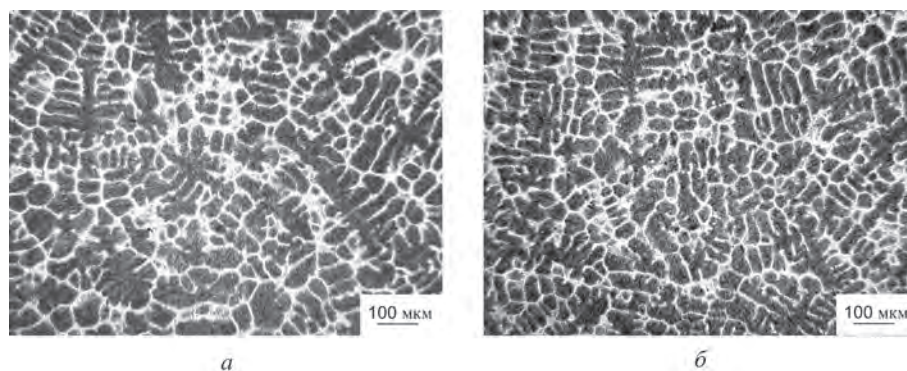


Рис. 3. Микроструктура поперечного образца из стали Р6М5 после изотермического отжига, закалки и отпуска 560 °С, 1 ч: ледебуритная эвтектика, отпущенный мартенсит, первичные и вторичные карбиды. Травление в 4%-ном растворе азотной кислоты: *а* – центральная часть слитка. $\times 100$; *б* – периферийная часть слитка. $\times 100$

После окончательной термической обработки (закалки и 2-кратного отпуска) микроструктура стали представляет собой отпущенный мартенсит, первичные и вторичные карбиды и эвтектическую ледебуритную сетку (рис. 3).

Металлографический анализ образцов стали Р6М5-Ш после изотермического отжига, закалки и последующего двукратного отпуска (560 °С, 1 ч) показал, что термическая обработка дает положительный результат: карбидная сетка становится тоньше, количество грубых скоплений карбидов на стыках матричных зерен уменьшается.

Теплостойкость литой заготовки после полного цикла термической обработки, четырехчасовой выдержки образцов при температуре 625 °С и охлаждения на воздухе оценивали по результатам измерения твердости по Роквеллу, которая составила не менее 59 HRC.

Выводы

Выявлены особенности металлографических исследований структуры металла ЭШП отходов быстрорежущей стали. Установлено, что для надежного выявления многофазной структуры бы-

строрежущей стали необходимо особое внимание уделять методике приготовления металлографических шлифов и способам их травления. Для выявления микроструктуры быстрорежущей стали рекомендован общепринятый 4%-ный раствор азотной кислоты в этиловом спирте, а для выявления границ действительного зерна – реактив на основе водного раствора пикриновой кислоты в соответствии с [10]. Микроструктура стали, выявленная травлением по патенту [10], по сравнению с травлением в 4 %-ном растворе азотной кислоты отличается контрастностью

и дифференциацией выявленных фаз и границ зерен.

После изотермического отжига микроструктура быстрорежущей стали, полученной ЭШП отходов производства, представляет собой троостит, вторичные карбиды и эвтектическую ледебуритную сетку, выделившуюся в процессе кристаллизации. После закалки и последующего двукратного отпуска микроструктура несколько видоизменяется: карбидная сетка становится тоньше, количество грубых скоплений карбидов на стыках матричных зерен уменьшается.

Литература

1. Р е в и с, И. А. Структура и свойства литого режущего инструмента / И. А. Ревис, Т. А. Лебедев. Л.: Машиностроение, 1972.
2. Б а б а с к и н, Ю. З. Структура и свойства литой стали / Ю. З. Бабаскин. Киев: Наукова думка, 1980.
3. Э м и н г е р, З. Литой инструмент / З. Эмингер, В. Кошелев. М.: Машгиз, 1962.
4. М а л и н к и н а, Е. И. Свойства проката быстрорежущей стали марки РФ1 / Е. И. Малинкина // Термическая обработка инструментальных сталей (ВНИИ). М.: Машгиз, 1951.
5. Х а й д о р о в, А. Д. Влияние термоциклической обработки на структуру литой быстрорежущей стали Р6М5-Ш / А. Д. Хайдоров, С. Ю. Кондратьев // МиТОМ. 2011. № 2. С. 42–47.
6. М е д о в а р, Б. И. Качество электрошлакового металла / Б. И. Медовар, А. К. Цыкуленко, Д. М. Дьяченко. Киев: Наукова думка, 1992.
7. М о ш к е в и ч, Л. Д. О качестве быстрорежущей стали электрошлакового переплава / Л. Д. Мошкевич, С. И. Тишаев // Сталь. 1977. № 3. С. 219–222.
8. М а л и н к и н а, Е. И. Методика и практика металлографических исследований / Е. И. Малинкина. М.: Машгиз, 1961.
9. Г е л л е р, Ю. А. Инструментальные стали / Ю. А. Геллер. М.: Металлургия, 1983.
10. Металлографический реактив для выявления микроструктуры цементованной конструкционной стали: пат. 15273 Респ. Беларусь: МПК С 23 F 1/28/ А. Л. Валько, С. П. Руденко, Е. И. Мосунов, А. И. Михлюк. № а20101136; заявл. 23.07.2010; опубл. 30.12.2011. Бюл. № 6.