06

Электронно-микроскопический анализ зоны контакта плазменное покрытие–подложка

© И.В. Баклушина[1], В.Е. Громов[1], Ю.Ф. Иванов[2], И.Ю. Литовченко[3], А.С. Чапайкин[1]

[1] Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия
[2] Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия
[3] Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

Поступило в Редакцию 25 июня 2025 г.
В окончательной редакции 28 октября 2025 г.
Принято к публикации 28 октября 2025 г.

Методами современного физического материаловедения исследованы структурно-фазовые состояния и элементный состав переходной зоны контакта плазменное покрытие (быстрорежущая молибденовая сталь)–подложка (среднеуглеродистая сталь). Установлено, что переходный слой толщиной $\sim 100\,\mu$m содержит α-фазу, γ-фазу, карбиды сложного состава $M_{23}C_6$, M_6C, а также MoC и цементит.

Ключевые слова: быстрорежущая молибденовая сталь, система плазменное покрытие–подложка, зона контакта, структура, фазовый состав.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.04.62324.20416

Для повышения износостойкости рабочих поверхностей механизмов, машин и конструкций, работающих в экстремальных условиях эксплуатации, применяется плазменная наплавка покрытий с использованием современных наплавочных материалов [1–3] и азота как легирующего и защитного элемента, что обеспечивает дополнительное значительное повышение эксплуатационных свойств [4–6]. Использование быстрорежущих сталей в ресурсо- и энергосберегающей технологии плазменной наплавки удовлетворяет высоким требованиям машиностроительной, металлургической, горнодобывающей и других отраслей промышленности [7,8].

Последняя четверть прошлого века отмечена широким использованием быстрорежущих сталей, содержащих от 8 до 10 wt.% молибдена [9]. По сравнению с вольфрамом этот элемент менее дефицитен и дорог, но обеспечивает лучшие функциональные свойства [10–12].

При создании покрытий актуальным остается вопрос о состоянии переходной зоны системы покрытие–подложка, поскольку демпфирующие и адгезионные свойства этого объема покрытия отвечают за надежную эксплуатацию деталей машин, механизмов и конструкций с покрытием [13,14]. В зарубежной и отечественной литературе крайне мало публикаций по этой тематике, что ограничивает практическое применение покрытий быстрорежущей молибденовой стали.

В связи с этим целью настоящей работы является исследование структуры и свойств интерфейса системы покрытие–подложка, сформированной плазменным методом.

Образцы для исследований получали плазменной наплавкой в среде азота на сталь 30ХГСА. Режим формирования наплавленного слоя: сварочный ток 145–150 A, напряжение на дуге 50–55 V, скорость наплавки 18 m/h, скорость подачи проволоки 60 m/h, длина дуги 20 mm.

Для формирования наплавленного слоя толщиной ~ 9 mm использовалась порошковая проволока системы MoCrCoC диаметром 4 mm.

Химический состав стали 30ХГСА (wt.%): C — 0.3, Cr — 0.9, Mn — 0.8, Si — 0.9, остальное — Fe. Химический состав наплавленного слоя соответствует стали M9 по SAE-AISI M9 (T11309) Molybdenum High-Speed Steel (wt.%): C — 1–1.1, Mo — 8.85, Cr — 3.57, Co — 2.12, V — 0.05, Si — 1.12, Mn — 0.56, Al — 1.05, остальное — Fe. В качестве плазмообразующего газа использовали аргон высшего сорта (ГОСТ 10157–79) с расходом 0.1–0.13 l/s; в качестве защитного и легирующего газа использовали технически чистый азот (ГОСТ 9293–74) с расходом 0.3–0.4 l/s. Режимы плазменной наплавки на установке УД-417 не отличались от описанных в работах [13,14].

Фазовый состав системы покрытие–подложка изучали методами рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактометра ДРОН-8Н.

Идентификация фазового состава, качественный и количественный фазовый анализ, а также уточнение параметров структуры выполнены с помощью программного комплекса „КДА — Кристаллография и дифракционный анализ“ со встроенной картотекой порошковых стандартов (АО ИЦ „Буревестник“, версия 2023-01-24-144022.8dec10c0f). Структуру и элементный состав системы покрытие–подложка изучали методами сканирующей электронной микроскопии (прибор KYKY-EM6900). Дефектную субструктуру, элементный и фазовый состав системы покрытие–подложка исследовали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (ПЭМ) тонких фольг в режиме

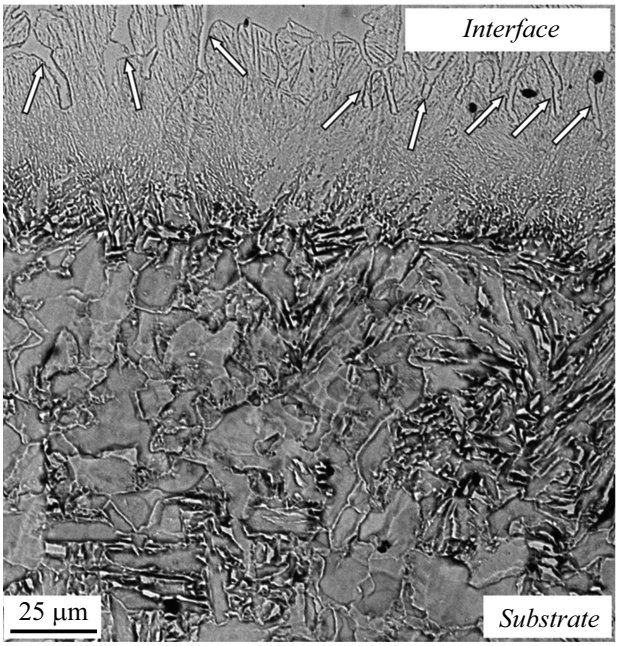


Рис. 1. Структура переходного слоя, формирующаяся в результате наплавки стали М9 на сталь 30ХГСА. Сканирующая электронная микроскопия травленого шлифа. Стрелками указаны прослойки эвтектики.

на просвет и в режиме сканирования (прибор JEOL JEM-2100, Япония) [15–17].

Методами сканирующей электронной микроскопии травленого шлифа установлено, что формирование плазменно наплавленного покрытия сопровождается созданием переходного слоя толщиной до 100 μm, структура которого отличается от состояния стали в объеме наплавки (рис. 1). Методами микрорентгеноспектрального анализа было установлено, что кроме химических элементов проволоки, использованной при формировании поверхностного слоя, в переходном слое системы покрытие–подложка присутствуют атомы кислорода, что, по всей видимости, указывает на присутствие атомов кислорода на поверхности (в поверхностном слое) подложки. Необходимо отметить снижение относительного содержания легирующих элементов (Al, Cr, Co, Mo) и увеличение содержания Si и Mn по мере приближения к переходному слою со стороны наплавки.

Визуализация распределения элементного состава системы покрытие–подложка (метод картирования) показала, что атомы молибдена и хрома сосредоточены преимущественно в поверхностном покрытии, переходный слой обогащен атомами алюминия и кислорода, формирующими, по всей видимости, оксиды алюминия. Это может быть связано с недостаточно хорошей подготовкой поверхности подложки после шлифования корундом. Слой подложки, прилегающий к переходному слою, обогащен атомами кислорода.

Анализ результатов исследования методами рентгенофазового анализа свидетельствует о формировании в наплавленном слое многофазной структуры, представленной α-фазой, γ-фазой, карбидами сложного состава $M_{23}C_6$ и M_6C и карбидом железа состава Fe_2C (рис. 2). Как и следовало ожидать, основной фазой является твердый раствор на основе α-Fe (65 wt.%), в существенно меньшем количестве присутствуют твердый раствор на основе γ-Fe (12 wt.%), относительное содержание карбидных фаз достигает 23 wt.%, при этом преобладающими являются карбиды сложного состава $M_{23}C_6$ и M_6C. Следует отметить, что параметры кристаллических решеток α- и γ-фаз значительно превышают табличные значения параметров кристаллических решеток α- и γ-Fe [18]. Это указывает на формирование в наплавленном слое твердых растворов замещения и внедрения на основе железа. Основной фазой переходного слоя по результатам рентгенофазового анализа является, как и ожидалось, α-фаза, в небольшом количестве присутствуют γ-фаза и карбид сложного состава M_6C.

Методами сканирующей электронной микроскопии при анализе зоны контакта покрытие–подложка было установлено отсутствие микропор и микротрещин. Подложка (сталь 30ХГСА) имеет поликристаллическую структуру, представленную зернами феррита и зернами перлита пластинчатой морфологии. Размер зерен изменяется в пределах 5.2–12.3 μm. Следует отметить, что переходный слой, примыкающий непосредственно к зоне контакта, имеет пластинчатую структуру, что может свидетельствовать о сдвиговом (мартенситном либо бейнитном) механизме формирования данной области материала. При большем удалении от зоны контакта в переходном слое выявляются протяженные прослойки.

В результате изучения элементного и фазового состава, морфологии фаз и дефектной субструктуры методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии было подтверждено, что структура подложки сформирована зернами перлита и зернами феррита.

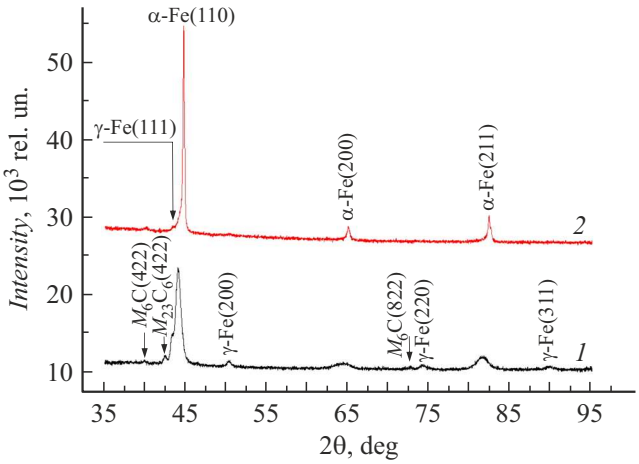


Рис. 2. Фрагменты рентгенограмм наплавки стали М9 (*1*) и интерфейса системы наплавка (М9)/подложка (сталь 30ХГСА) (*2*).

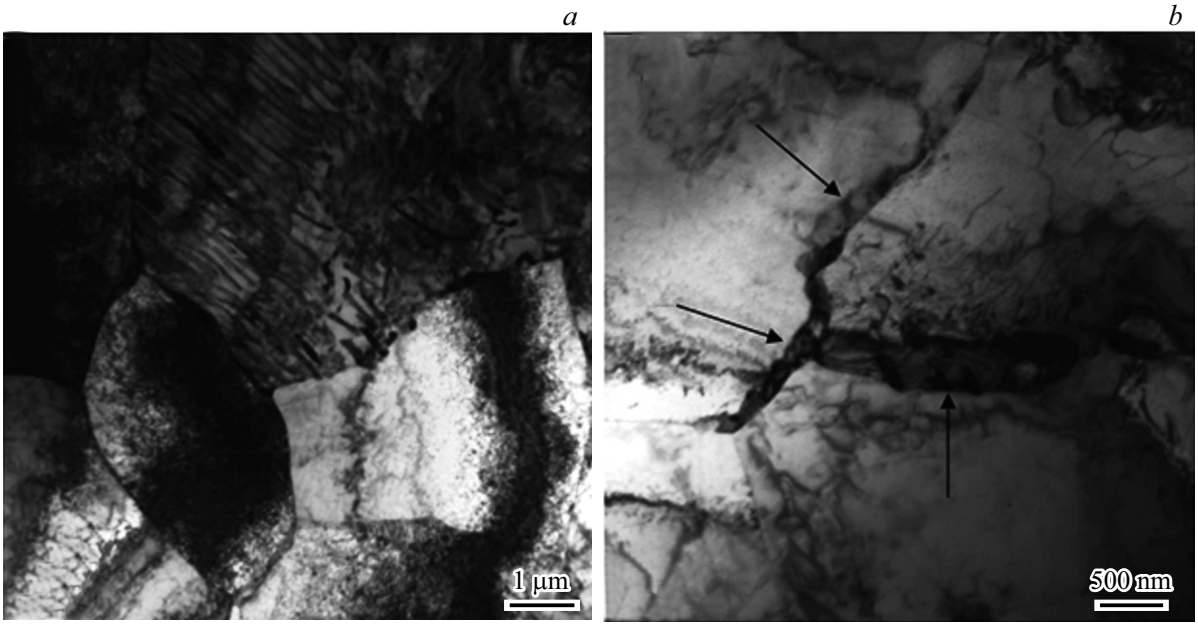


Рис. 3. ПЭМ-изображение структуры подложки в зоне контакта с наплавленным металлом. *a* — зерна феррита микронных размеров; *b* — прослойки второй фазы по границам зерен (прослойки указаны стрелками).

Перлит имеет пластинчатую морфологию и сформирован чередующимися пластинками цементита и α-железа.

В зернах переходного слоя наблюдается пластинчатая структура, что может свидетельствовать о мартенситной природе формирования структуры α-фазы. По границам зерен наблюдаются протяженные прослойки, имеющие строение, характерное для эвтектического превращения.

В зоне контакта со стороны подложки структура сохраняет феррито-перлитное состояние, однако наблюдается существенное (до $1.5-2.3\,\mu$m) снижение размеров зерен феррита (рис. 3, *a*). По границам зерен выявляются протяженные прослойки второй фазы (рис. 3, *b*, прослойки указаны стрелками). Методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии установлено, что пластины переходного слоя сформированы сдвиговым механизмом, и по морфологическому признаку они были идентифицированы как пластинчатый и пакетный мартенсит. По границам пластин и границам пакетов располагаются наноразмерные (15–32 nm) частицы карбида железа — цементита. Одновременно с этим вдоль границ кристаллов мартенсита располагаются протяженные прослойки остаточного аустенита. Таким образом, в процессе формирования наплавки в переходном слое в зоне контакта со стороны подложки формируется многофазная структура, представленная мартенситом, остаточным аустенитом и карбидами железа.

Переходный слой, непосредственно примыкающий к наплавке, содержит протяженные прослойки с включениями второй фазы (рис. 3, *b*), представленные α-фазой и карбидами состава M_6C, $M_{23}C_6$ и MoC (рис. 4). Можно предположить, что данные прослойки сформировались по эвтектическому механизму при кристаллизации расплавленного металла покрытия.

Таким образом, выполненные исследования позволяют констатировать, что формирование наплавки сопровождается созданием переходного слоя толщиной до $100\,\mu$m, имеющего многофазное строение на основе α-фазы и содержащего остаточный аустенит, частицы цементита и карбиды состава M_6C, $M_{23}C_6$ и MoC.

Установлено, что плазменно наплавленное покрытие быстрорежущей молибденовой стали имеет поликристаллическую структуру и сформировано зернами на основе α-фазы и зернами эвтектики. Формирование покрытия сопровождается созданием переходного слоя толщиной до $100\,\mu$m. Показано, что основной фазой переходного слоя, непосредственно примыкающего к наплавке, является α-фаза, в небольшом количестве присутствует γ-фаза, карбиды сложного состава M_6C и $M_{23}C_6$, а также MoC и цементит. Обнаружено, что переходный слой в зоне контакта со стороны подложки имеет закалочную структуру, представленную пластинами и пакетами мартенсита, прослойками остаточного аустенита и наноразмерными частицами цементита. Установлено, что зона контакта покрытия и подложки не содержит микротрещин и микропор.

Впервые установленные структурно-фазовое состояние и элементный состав интерфейса системы плазменное покрытие (быстрорежущая молибденовая сталь)–подложка (среднеуглеродистая сталь) свидетельствуют о высоком уровне работоспособности системы и перспективах ее практического применения.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ № 23-19-00186 (https://rscf.ru/project/23-19-00186).

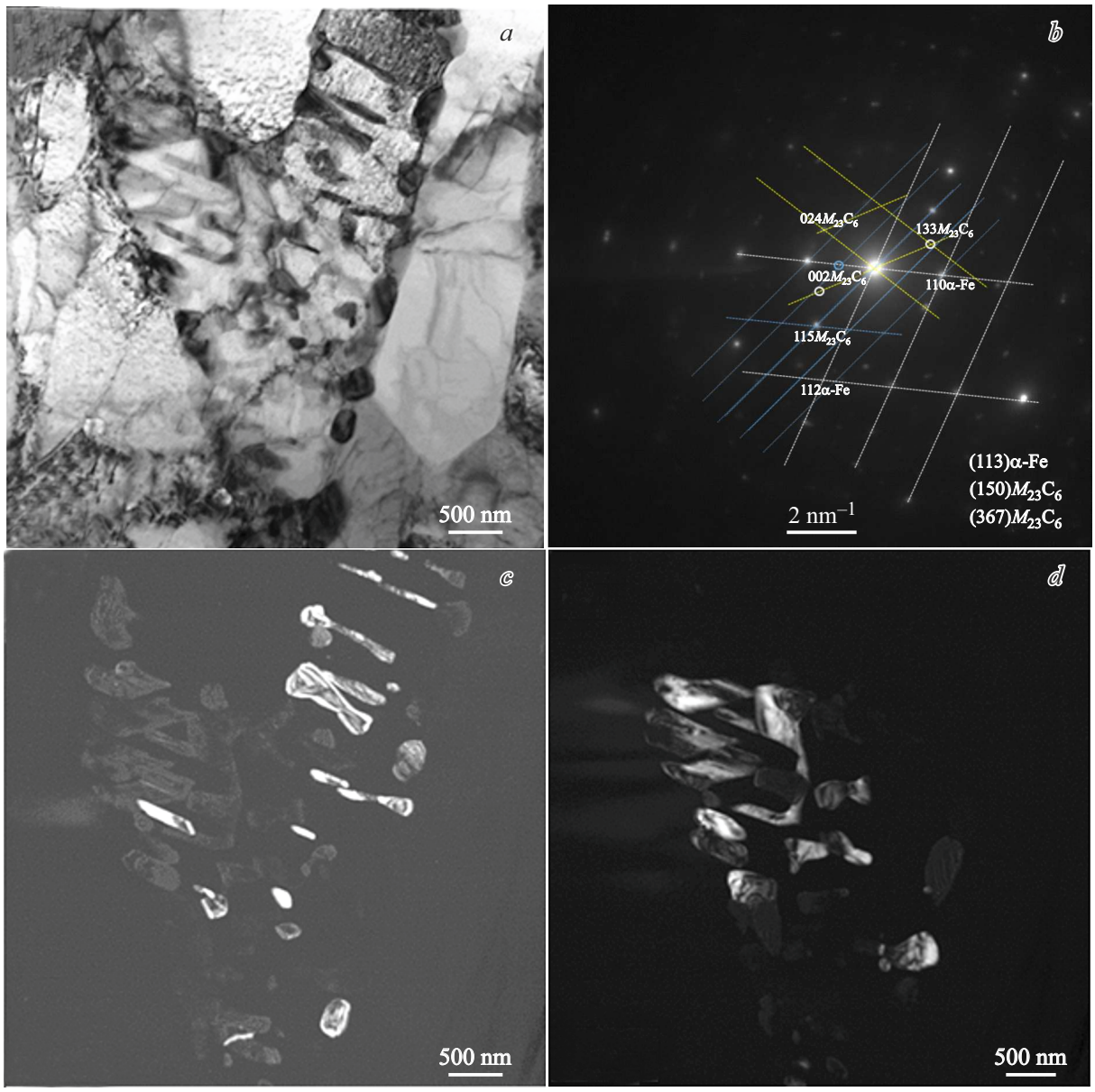


Рис. 4. ПЭМ-изображение структуры интерфейса системы покрытие–подложка. *a* — светлое поле; *b* — микроэлектронограмма; *c*, *d* — темнопольные изображения, полученные в рефлексах (024) $M_{23}C_6$ + (103) η-MoC (*c*) и (115) $M_{23}C_6$ (*d*).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] A.N. Emelyushin, E.V. Petrochenko, S. P. Nefed'ev, Weld. Int., **27** (2), 150 (2012). DOI: 10.1080/09507116.2012.695548
[2] И.В. Мозговой, Е.А. Шнейдер, *Наплавка быстрорежущей стали* (Изд-во ОмГТУ, Омск, 2016).
[3] Y.F. Ivanov, V.E. Gromov, A.I. Potekaev, T.P. Guseva, A.S. Chapaikin, E.S. Vashchuk, D.A. Romanov, Russ. Phys. J., **66** (7), 731 (2023). DOI: 10.1007/s11182-023-02999-w
[4] С.П. Нефедьев, А.Н. Емелюшин, Вестн. Югор. гос. ун-та, № 3 (62), 33 (2021). DOI: 10.17816/byusu20210333-45
[5] А.Н. Емелюшин, Е.В. Петроченко, С.П. Нефедьев, Сварочное производство, № 10, 18 (2011).
[6] С.П. Нефедьев, А.Н. Емелюшин, *Плазменное упрочнение поверхности деталей* (ТНТ, Старый Оскол, 2021).
[7] Л.С. Кремнев, А.К. Онегина, Л.А. Виноградова, Металловедение и термическая обработка металлов, № 12 (654), 13 (2009).
[8] Л.С. Кремнев, Металловедение и термическая обработка металлов, № 11, 18 (2008).
[9] В.Е. Громов, А.С. Чапайкин, С.А. Невский, *Структура, свойства и модели наплавки быстрорежущей стали после отпуска и электронно-пучковой обработки* (Полиграфист, Новокузнецк, 2024).
[10] И.К. Купалова, Завод. лаб., № 1, 27 (1983).

[11] Ю.Ф. Иванов, *Структурные и фазовые превращения в ряде сталей при статическом и динамическом режимах термической обработки*, автореф. докт. дис. (Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, 2002).
[12] В.П. Ротштейн, Д.И. Проскуровский, Г.Е. Озур, Ю.Ф. Иванов, *Модификация поверхности металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками* (Наука, Новосибирск, 2019).
[13] В.Е. Громов, А.Б. Юрьев, Ю.Ф. Иванов, С.С. Миненко, С.В. Коновалов, Вестн. СибГИУ, № 2 (52), 9 (2025). DOI: 10.57070/2304-4497-2025-2(52)-9-16
[14] A.I. Potekaev, V.E. Gromov, A.B. Yuriev, Yu.F. Ivanov, S.V. Konovalov, S.S. Minenko, A.P. Semin, A.S. Chapaikin, I.Yu. Litovchenko, Russ. Phys. J., **67** (8), 1107 (2024). DOI: 10.1007/s11182-024-03222-0
[15] F.R. Egerton, *Physical principles of electron microscopy* (Springer International Publ., Basel, 2016).
[16] C.S.S.R. Kumar, *Transmission electron microscopy. Characterization of nanomaterials* (Springer, N.Y., 2014).
[17] C.B. Carter, D.B. Williams, *Transmission electron microscopy* (Springer International Publ., Berlin, 2016).
[18] В.Г. Курдюмов, Л.М. Утевский, Р.И. Энтин, *Превращения в железе и стали* (Наука, М., 1977).