

М. Ю. Хмелинин^{*}, А. В. Чукин

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург

^{*} *mikenmelinin@gmail.com*

ФАЗОВЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ, АЗОТИРОВАННЫХ В ПЛАЗМЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА

В данной работе изучаются структурные и фазовые особенности поверхностных слоев аустенитной стали, модифицированной ионно-плазменным азотированием при различных температурах с использованием рентгеновской дифрактометрии. Определён фазовый состав образцов, параметры решетки, размеры кристаллитов и остаточные напряжения. Более детально изучена фаза расширенного аустенита (S-фаза) и зависимость концентрации данной фазы от температуры азотирования. Проанализировано влияние дефектов упаковки и остаточных напряжений на смещение положений пиков S-фазы на дифрактограмме.

Ключевые слова: рентгеновская дифракция, азотирование, аустенитная сталь, остаточные напряжения.

M. Yu. Hmelinin, A. V. Chukin

PHASE CHANGES IN THE SURFACE LAYERS OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL FORMED BY NITRIDING OF ELECTRON BEAM-GENERATED PLASMA

We study structural and phase features of surface layers of nitrogen austenite steel modified by ion-plasma nitriding at different temperatures using X-ray diffractometry. An analysis of the positions of the diffraction peaks was carried out, lattice parameters, sizes of crystallites and residual stresses were detected. The phase of expanded austenite (S-phase) has been studied in detail. The dependence of the concentration of S-phase on the temperature of nitriding was studied. The influence of package defects and residual stresses on the displacement of the positions of the S-phase peaks on the diffractogram was analyzed.

Keywords: X-ray diffraction, nitriding, austenitic steel, residual stresses.

Азотирование – это хорошо известный и часто применяемый промышленный метод модификации поверхностных слоев металлов и сплавов [1]. Как правило, при помощи этого метода пытаются повысить прочность и износостойкость материалов с сохранением высокой устойчивости к коррозии. Изменение физических свойств материалов в первую очередь связывают с диффузией атомов азота в поверхностных

слоях и внедрения их в кристаллическую решетку материала с последующим изменением фазового состава. Существуют различные физические и технологические решения, способные обеспечить поступление нужного количества азота в нужном режиме в приповерхностные слои. При этом часть проблемы состоит в определении температурного режима насыщения. В особенности это касается азотирования аустенитных легированных сталей, поскольку насыщение их азотом при температурах превышающих 500°C приводит, как правило, к образованию в поверхностных слоях фаз нитридов легирующих элементов. Само по себе образование таких фаз как, например, CrN или Cr₂N не уменьшает трибологических свойств или твердости материала, однако, при этом происходит обеднение твердого раствора хромом, что снижает устойчивость материала к коррозии.

Хорошо известно [2], что азотирование аустенитных сталей низкоэнергетическими плазменными пучками способно значительно изменить свойства поверхностей на глубине до десятков микрон при этом температура азотирования не будет превышать 450 °C. Фактически, при этих температурах диффузия хрома уменьшается, так что образование нитридов хрома обычно ингибируется.

Основными способами генерации плазменных пучков являются: тлеющий разряд [3], ВЧ разряды [4], СВЧ [5], дуговой разряд [6] и ионизация газа электронным пучком [7].

Недавно [8] было изучено влияние параметров электронного пучка на толщину и фазовый состав упрочненного слоя, формирующегося при азотировании аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T в плазме, создаваемой пучком в азотно-аргоновой смеси низкого давления. При этом фазовый состав поверхностного слоя значительно изменялся в зависимости от температуры обработки.

В аустенитных нержавеющей сталях низкотемпературная обработка азотированием способна создавать модифицированный поверхностный слой, состоящий из метастабильной фазы, известной как расширенный аустенит или S-фаза [1–2]. Эта фаза имеет высокую твердость и очень хорошую коррозионную стойкость. При этом азот находится в составе S-фазы и связан с атомами хрома, что обусловлено особым характером диффузии азота под влиянием ловушек на атомах хрома [2].

Из литературных данных расширенный аустенит известен как фаза с гранецентрированной кубической структурой, однако, положения дифракционных пиков от S-фазы испытывают систематическое отклонение от положения рефлексов идеальной ГЦК решетки. Детальный анализ этих отклонений, проведенный в данном исследовании, показал, что отношение межплоскостных расстояний d_{111} и d_{200} дифракционных плоскостей (111) и (200), есть функция температуры азотирования рис. 1.

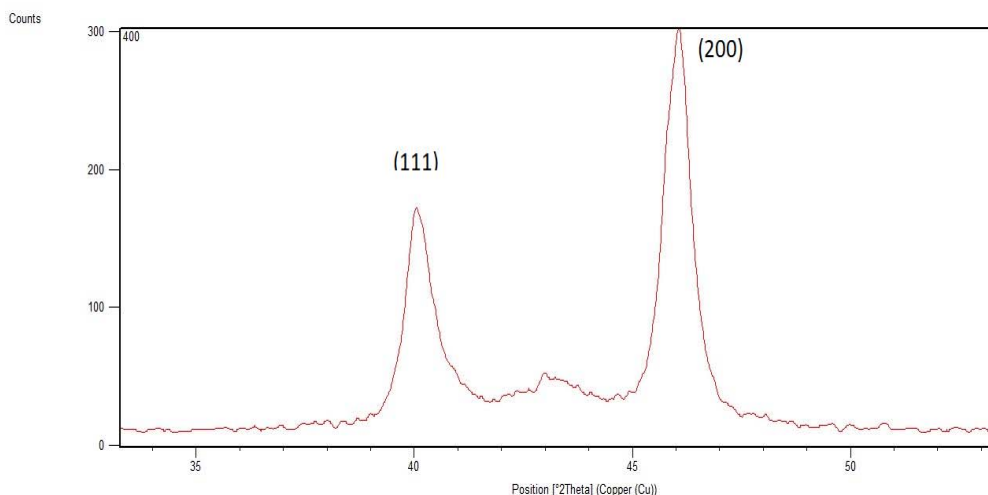


Рис. 1. Фрагмент дифрактограммы образца 400

Для идеальной ГЦК решетки, отношение $d_{200}/d_{111} = 0.866$. При 400 °С отношение $d_{200}/d_{111} = 0.876$, что близко к ГЦК структуре, но при увеличении температуры азотирования это отношение существенно возрастает. Такое поведение можно было бы объяснить, если предположить, что S-фаза имеет тетрагональную решетку. В этом случае, рассмотренные выше линии будут относиться к плоскостям (011) и (002) соответственно, при этом параметры решетки для образца, азотированного при 400 °С, имеют значения: $a = 2.73$, $c = 3.96$ ангстрем. Тогда можно ожидать большое количество пиков с отношением c/a порядка 1.5. Однако ни одного пика с таким отношением обнаружено не было.

Дальнейшие исследования микроструктуры показали, что S-фаза имеет ГЦК решетку, а смещение положений пиков вызвано суммарным влиянием дефектов упаковки и остаточных напряжений. Эти факторы по-разному влияют на положение линии, относящиеся к разным плоскостям, из-за различных констант упругости.

Азотирование обеспечивает формирование твердых, поверхностных слоев небольшой толщины, что приводит к формированию своеобразной морфологии поверхности, на которой наблюдается большое количество границ зерен и дефектов, образованных вследствие пластической деформации сдвига. Причина этих явлений заключается в высоких сжимающих напряжениях, возникающих в азотированном слое вследствие внедрения атомов азота. При этом изменение микроструктуры поверхностного слоя имеет явно выраженный градиентный по глубине характер. Таким образом, возникает задача исследования особенностей кристаллической структуры неоднородного по глубине модифицированного азотом поверхностного слоя аустенитной стали.

Известно, что методы рентгеновской дифрактометрии дают интегральную информацию о фазовом и упруго-напряженном состоянии

вещества в некотором слое глубиной до 100 микрон. При этом использование различной геометрии съемок в сочетании с применением для дифракции не фильтрованное K_β излучение позволяет не только контролировать глубину исследуемого слоя, но и управлять ею.

В данной работе методами рентгеновской дифрактометрии исследуются структурные и фазовые особенности поверхности серии образцов аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T модифицированных ионно-плазменным азотированием при разных температурах.

В частности, показано, что в образце, азотированном при температуре $400\text{ }^\circ\text{C}$ в поверхностном слое появляется фаза расширенного аустенита (S-фаза), при этом на определенных глубинах дополнительно может возникать небольшое количество мелкодисперсной нитридной фазы $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{-}_3\text{N}$. С увеличением температуры плазменного азотирования содержание S-фазы в поверхностном слое уменьшается. При $450\text{ }^\circ\text{C}$ к S-фазе добавляется нитридная фаза $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$. При $500\text{ }^\circ\text{C}$, основной фазой становится Fe_4N , при этом дополнительно появляется фаза CrN (рис. 2).

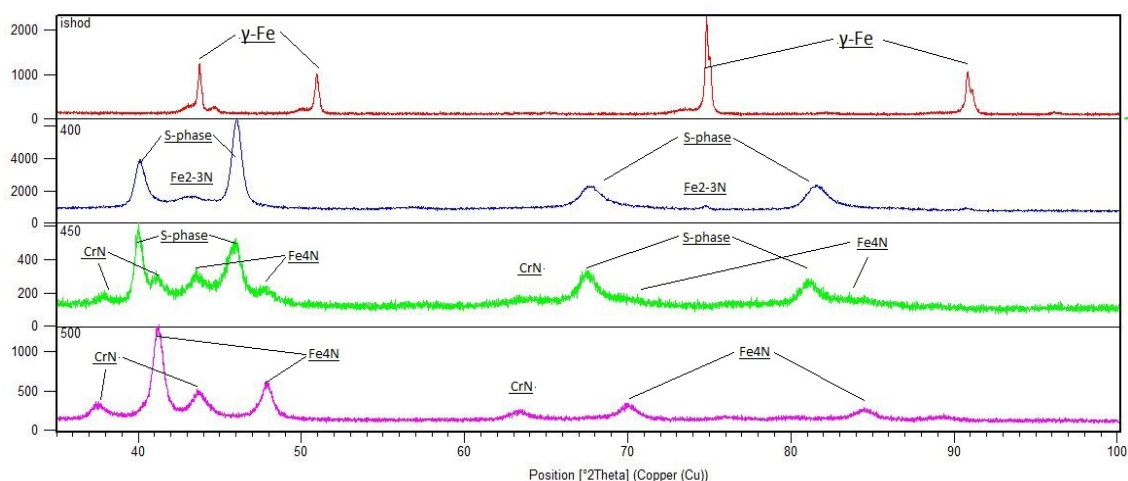


Рис. 2. Дифрактограммы серии образцов

ЛИТЕРАТУРА

1. Baranowska J. Surface modification of austenitic steel by low-temperature plasma / J. Baranowska, E. Kusiorb, V. Amigoc // Vacuum, 2005. Vol. 78. P. 389–394.
2. Миронов Ю. П. Структура поверхностных слоев никелида титана, сформированных импульсным электронно-лучевым плавлением / Ю. П. Миронов, Л. Л. Мейснер, А. И. Лотков // Журнал технической физики, 2008. Т. 7. С. 118.
3. Beer P. Low temperature ion nitriding of the cutting knives made of HSS / P. Beer, J. Rudnicki, S. Bugliosi // Surf. Coat. Technol. 2005. Vol. 200. P. 146.

4. Kim S. Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low-pressure RF plasma / S. Kim, J. Yoo, J. Priest // *Surf. Coat. Technol.* 2003. Vol. 163. P. 380.
5. Itagaki N. Electron-temperature dependence of nitrogen dissociation in 915 MHz ECR plasma / N. Itagaki, S. Iwata, K. Muta // *Thin Solid Films.* 2003. Vol. 435. P. 259.
6. Андреев А. А. Азотирование сталей в газовом дуговом разряде низкого давления / А. А. Андреев, В. М. Шулаев, Л. П. Саблев // *ФИП.* 2006. Т. 4. № 3–4. С. 191.
7. Abraha P. Surface modification of steel surfaces by electron beam excited plasma processing / P. Abraha, Y. Yoshikawa, Y. Katayama // *Vacuum.* 2009. Vol. 83. P. 497.
8. Гаврилов Н. В. Зависимость интенсивности износа синтетического алмаза от ориентации кристаллической решетки при традиционной механической обработке / Н. В. Гаврилов, А. С. Мамаев, А. В. Чукин // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* 2017. № 11. С.61–67.