

Комплексная модификация хромистой стали: анализ механизмов упрочнения

Ю.Ф. Иванов*, Е.А. Петрикова, И.В. Лопатин, Н.А. Прокопенко, А.Д. Тересов, О.С. Толкачев

Институт сильноточной электроники СО РАН, Россия, Томск

**yufi55@mail.ru*

Аннотация. В работе представлены результаты анализа механизмов упрочнения поверхностного слоя хромистой стали, подвергнутой комплексной обработке (напыление тонкой пленки титана, облучение импульсным электронным пучком, азотирование в плазме газового разряда). Объектом исследования являлась сталь марки 20Х23Н18. На установке «КВИНТА» на поверхность стали вакуумно-дуговым испарением катода из технически чистого титана марки ВТ1-0 в режиме с плазменным ассистированием в среде аргона осаждали пленку титана толщиной 0.5 мкм. Облучение системы «пленка (Ti) / (сталь) подложка» импульсным электронным пучком осуществляли на установке «СОЛО» (18 кэВ, 30 Дж/см², 200 мкс, 0.3 с⁻¹, 3 имп., давление рабочего газа (аргон) в камере установки 0.02 Па). Азотирование легированного титаном поверхностного слоя стали осуществляли на установке «ТРИО» в плазме газового разряда низкого давления при температуре 793 К в течение 1 часа. Показано, что комплексная обработка привела к формированию протяженной (до 30 мкм) многослойной многофазной субмикро- нанокристаллической структуры по морфологическому признаку условно разделенной на четыре подслоя и способствовала увеличению микротвердости поверхностного слоя в 6 раз. Увеличение времени азотирования сопровождалось снижением прочностных характеристик стали. По результатам количественного анализа структуры стали проведены оценки механизмов упрочнения модифицированного слоя и показано, что наибольший вклад в прочность поверхностного слоя вносят твердорастворное упрочнение и упрочнение дислокационной субструктурой; наименее существенный вклад вносит субструктурное упрочнение, обусловленное формированием в материале малоугловых границ субзерен.

Ключевые слова: хромистая сталь, комплексная модификация, азотирование, напыление тонкой пленки, облучение импульсным электронным пучком, структура, свойства, механизмы упрочнения.

1. Введение

Методы, основанные на использовании концентрированных потоков энергии (КПЭ) (лазерное излучение [1], высокоинтенсивные электронные [2, 3] и мощные ионные [4, 5] пучки, плазменные потоки и струи [6] и т.д.) для упрочнения поверхности деталей машин и механизмов, в настоящее время широко используются в различных областях промышленности. Это обусловлено как возможностью проводить обработку материала локально, только в тех местах, которые непосредственно испытывают экстремальные нагрузки в процессе эксплуатации детали, так и достигнутым уровнем развития оборудования для их реализации [7].

В последние годы активно развиваются методы комплексной обработки, основанные на использовании КПЭ, сочетающие в различной последовательности насыщение поверхностного слоя детали атомами газовых элементов (азот, кислород, углерод), напыление тонких пленок различных металлов с последующим перемешиванием под действием лучей лазера, высокоэнергетических импульсных электронных пучков и потоков плазмы, нанесение твердых и сверхтвердых износостойких покрытий и т.д. Как правило, реализованные к настоящему времени методы комплексной электронно-ионно-плазменной обработки заключаются в последовательной модификации структуры и свойств поверхностного слоя металлов и сплавов, используя совокупность некоторого числа специализированных установок [8–10]. Следствием такой обработки является градиентная субмикро- нанокристаллическая многофазная структура приповерхностного слоя с плавным изменением концентрации легирующих элементов по глубине, что позволяет значительно

повысить твердость и износостойкость, коррозионную стойкость и электропроводность и т.д. поверхностного слоя и обрабатываемой детали в целом. В единичных случаях комплексная электронно-ионно-плазменная обработка поверхности осуществлялась в едином вакуумном цикле, т.е. с использованием одной специализированной установки «КОМПЛЕКС» (ИСЭ СО РАН) [7, 11].

Целью настоящей работы являлся анализ механизмов упрочнения поверхностного слоя хромистой стали, подвергнутой комплексной обработке (напыление тонкой пленки титана, облучение импульсным электронным пучком, азотирование в плазме газового разряда). Актуальность и практическая значимость исследований обусловлены сравнительно низким уровнем твердости и износостойкости сталей данного класса, имеющих широкий спектр применения в современной промышленности.

2. Материал и методики исследования

Объектом исследования являлась аустенитная жаропрочная коррозионностойкая сталь марки 20X23H18 (0.2C, 1.0Si, 0.30Cu, 2.0Mn, (17.0–20.0)Ni, 0.2Ti, 0.035P, (22.0–25.0)Cr, 0.02S, остальное Fe, вес.%). Формирование протяженных упрочненных поверхностных слоев осуществляли путем комплексного электронно-ионно-плазменного воздействия. А именно, электродугового плазменно-ассистированного напыления на поверхность стали тонкой (0.5 мкм) пленки титана; сверхскоростного (до 10^5 К/с) плавления системы «пленка (Ti) / (сталь) подложка» интенсивным импульсным электронным пучком. Предполагалось, что воздействие импульсного пучка электронов позволит не только сформировать поверхностный сплав на основе железа, обогащенный атомами титана, но и за счет сверхбыстрого охлаждения создать субмикро- нанокристаллическую структуру в поверхностном слое, что в совокупности должно обеспечить кратное повышение механических (твердость) и трибологических (износостойкость, коэффициент трения) характеристик материала. На заключительном этапе комплексной обработки осуществляли азотирование модифицированного слоя в плазме газового разряда низкого давления, что позволяло формировать нитридные фазы, а также снизить образующийся градиент свойств от упрочненного слоя к не модифицированному слою, исключив вероятность разрушения материала при возможных циклических нагрузках.

Работа по нанесению плёнки титана на поверхность образцов стали 20X23H18 проводилась на установке «КВИНТА», разработанной в лаборатории плазменной эмиссионной электроники ИСЭ СО РАН. Пленку наносили на одну из сторон образца размерами 15×15×5 мм, которая была предварительно подвергнута полировке с помощью алмазной пасты различной зернистости. После помещения образцов в рабочую камеру установки и ее вакуумирования проводили очистку поверхности и нагрев образца в течение 15 минут в аргоновой плазме при давлении 0.3 Па. Осаждение пленки титана производилось в течении 2 минут 50 с при давлении аргона 0.3 Па. Получаемая толщина плёнки составила 0.5 мкм.

Облучение системы «пленка (Ti, 0.5 мкм) / (сталь 20X23H18) подложка» импульсным электронным пучком осуществляли на установке «СОЛЮ» (разработана в лаборатории плазменной эмиссионной электроники ИСЭ СО РАН) при следующих параметрах: 18 кэВ, 30 Дж/см², 200 мкс, 0.3 с⁻¹, 3 имп., давление рабочего газа (аргон) в камере установки 0.02 Па.

Азотирование легированного титаном поверхностного слоя стали 20X23H18 осуществляли в плазме газового разряда низкого давления при температуре 793 К в течение 1–5 часов на установке «ТРИО» (ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН), работающей в элионном режиме.

Суть элионного метода азотирования заключается в использовании для нагрева и поддержания температуры процесса электронную компоненту плазмы [12, 13].

Дефектную субструктуру и морфологию фаз, элементный и фазовый состав образцов исследовали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг в режиме на просвет и в режиме сканирования (прибор JEOL JEM-2100F, Япония). Фазовый состав образцов определяли методами микродифракционного анализа (индицирование микроэлектроннограмм) с привлечением методики темнопольного анализа материала. Фольги (объекты исследования ВЭС методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии) изготавливали ионным утонением (установка Ion Slicer EM-091001S, утонение осуществляется ионами аргона) пластинок, вырезанных из массивных образцов на установке Isomet Low Speed Saw перпендикулярно поверхности модифицирования, что позволяло проследить изменение структуры материала по мере удаления от поверхности образца (поверхности модифицирования материала).

Исследования механических свойств (микротвердость) поверхностного слоя стали после модифицирования осуществляли методом Виккерса на приборе ПМТ-3 (АО "ЛОМО", Россия) при нагрузке на индентор 0.5 Н.

3. Результаты исследования и обсуждение

Установлено, что легирование поверхностного слоя стали путем облучения импульсным электронным пучком системы «пленка (Ti) / (сталь) подложка» приводит к увеличению микротвердости материала до 2.7 ГПа, что немного выше соответствующей характеристики стали в исходном состоянии (2.35 ГПа). Последующее азотирование в плазме газового разряда низкого давления при температуре 793 К в течение 1 часа сопровождается увеличением микротвердости материала в 6 раз относительно соответствующей характеристики стали в исходном состоянии. Увеличение времени азотирования сопровождается снижением микротвердости стали.

Исследования, выполненные методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии, показывают, что комплексная обработка стали 20X23H18, сочетающая напыление на поверхность образцов тонкой (0.5 мкм) пленки титана, облучение импульсным электронным пучком и последующее азотирование в плазме газового разряда приводит к формированию многослойной многофазной субмикро- нанокристаллической структуры в поверхностном слое толщиной не менее 8 мкм (Рис. 1).

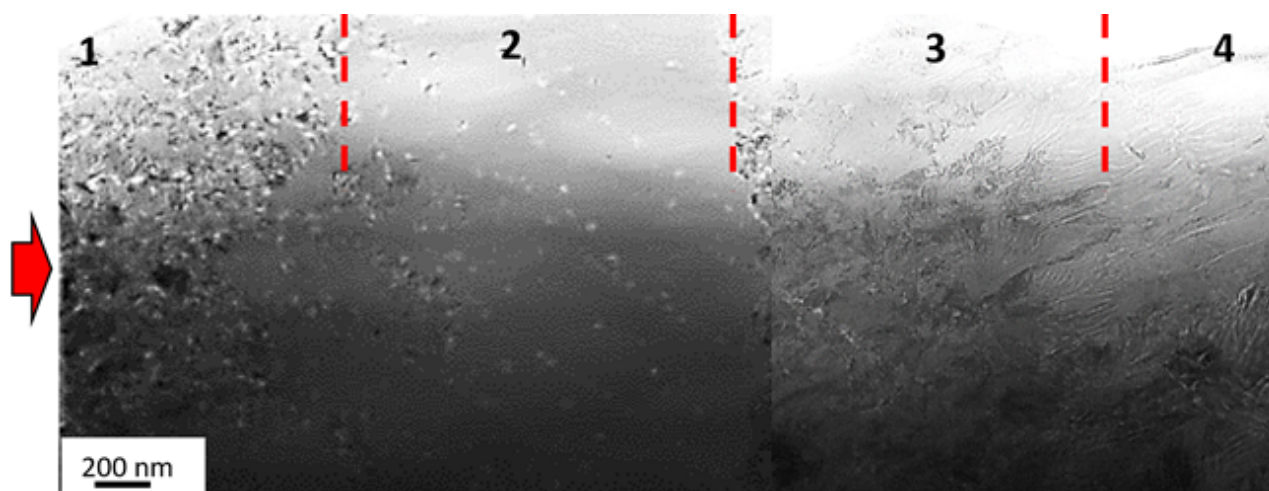


Рис. 1. Структура поверхностного слоя стали 20X23H18, подвергнутой комплексной обработке (стрелкой указана поверхность модифицирования). Цифрами обозначены слои с различной субструктурой, формирующиеся в результате комплексной обработки.

Определив количественно параметры дефектной субструктуры модифицированного слоя стали и частиц второй фазы, образовавшихся в данном слое, можно провести оценки вкладов механизмов упрочнения в суммарную прочность материала на пределе текучести и выявить основные факторы, способствующие многократному повышению твердости стали. В многочисленных работах [14–16] показано, что общий предел текучести стали можно, используя принцип аддитивности, представить в виде линейной суммы вкладов отдельных механизмов упрочнения:

$$\sigma = \Delta\sigma_0 + \Delta\sigma_{zp} + \Delta\sigma_{д.л.} + \Delta\sigma_{op} + \Delta\sigma_{тв.р.}$$

Здесь $\Delta\sigma_0$ – вклад, обусловленный трением кристаллической решетки матрицы, $\Delta\sigma_{zp}$ – вклад, обусловленный внутрифазными границами, $\Delta\sigma_{д.л.}$ – вклад, обусловленный дислокационной субструктурой, $\Delta\sigma_{op}$ – вклад, обусловленный присутствием частиц карбидных фаз, $\Delta\sigma_{тв.р.}$ – вклад, обусловленный твердорастворным упрочнением атомами легирующих элементов.

Принцип аддитивности предполагает независимое действие каждого из механизмов упрочнения на пределе текучести материала. Поэтому он является лишь первым приближением и может приводить к некоторым расхождениям теоретических и экспериментальных результатов [16].

На Рис. 2 представлены результаты численной оценки механизмов упрочнения стали 20X23H18, подвергнутой комплексной обработке, заключающейся в легировании поверхностного слоя путем формирования системы «пленка (Ti) / (сталь 20X23H18) подложка» и облучения ее импульсным электронным пучком с последующим азотированием в плазме газового разряда низкого давления, основанные на результатах количественного анализа параметров структуры модифицированного слоя стали.

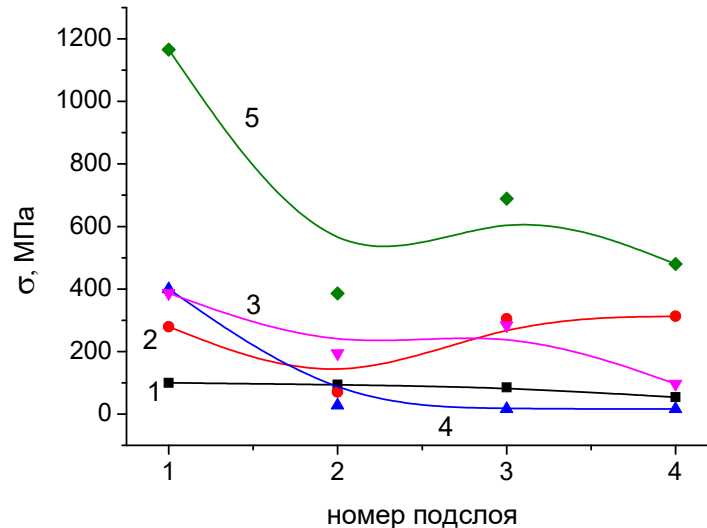


Рис. 2. Изменение величины вклада механизмов упрочнения в общий предел текучести стали при перемещении от подслоя №1 к подслою №4; 1 – вклад, обусловленный внутрифазными границами, 2 – вклад, обусловленный выделением наноразмерных частиц вторых фаз, 3 – вклад, обусловленный дислокационной субструктурой, 4 – вклад, обусловленный атомами легирующих элементов; 5 – суммарная величина предела текучести стали.

Анализируя результаты, представленные на Рис. 2, можно отметить, что прочность исследуемой стали максимальна в поверхностном слое и быстро снижается по мере удаления в глубь образца. Наибольший вклад в упрочнение поверхностного слоя стали вносят твердорастворное упрочнение и упрочнение сформированной дислокационной субструктурой; наименее существенный вклад в упрочнение модифицированного слоя стали

вносит субструктурное упрочнение, связанное с формированием в материале малоугловых границ субзерен.

4. Заключение

Осуществлена комплексная обработка нержавеющей аустенитной стали 20Х23Н18, сочетающая облучение системы «пленка (Ti, 0.5 мкм) / (сталь 20Х23Н18) подложка» импульсным электронным пучком и последующее азотирование в плазме газового разряда в элионном режиме. Выполнены электронно-микроскопические исследования элементного и фазового состава, дефектной субструктуры модифицированного поверхностного слоя. По результатам количественного анализа структуры стали проведены оценки механизмов упрочнения модифицированного слоя стали. Показано, что высокие трибологические и прочностные свойства стали, модифицированной комплексным методом, обусловлены преимущественно твердорастворным упрочнением и упрочнением формирующейся дислокационной субструктурой.

Благодарность

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (номер: FWRM-2021-0006).

В работе применялось оборудование ЦКП НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

5. Список литературы

- [1] *Surface Modification and allowing by Laser, Ion, and Electron Beams*, Edited by J.M. Poate, G. Foti and D.C. Jacobson, Nev York and London: Plenum Press, 1983.
- [2] Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке, *Изв. вузов. Физика*, **51**, 60, 2008.
- [3] В.П. Ротштейн, Д.И. Проскуровский, Г.Е. Озур, Ю.Ф. Иванов, *Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками*, Сиб. отд. РАН. Новосибирск: СО РАН: Наука, 2019.
- [4] W.J. Zhao, G.E. Remnev, S. Yan, M.S. Opekounov, X.Y. Le, V.M. Matvienko, B.X. Han, J. M. Xue, and Y.G. Wang, Intense pulsed ion beam sources for industrial applications, *Rev. S. Instrum.*, vol. **71**, 1045, 2000; doi: 10.1063/1.1150382
- [5] К.К. Кадыржанов, Ф.Ф. Комаров, А.Д. Погребняк и др., *Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов*, Москва: Изд-во МГУ, 2005.
- [6] В.В. Углов, Н.Н. Черенда, В.М. Анищик, В.М. Асташинский, Н.Т. Квасов, *Модификация материалов компрессионными плазменными потоками*, Минск: БГУ, 2013.
- [7] Н.Н. Коваль, Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Денисов, М.С. Воробьёв, В.Н. Девятков, Е.В. Островерхов, С.С. Ковальский, В.В. Яковлев, Ионно-плазменные, электронно-пучковые и комплексные установки для модификации поверхности твёрдых тел, *15-я Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом»*, Минск, Беларусь, 510, 2023.
- [8] А.П. Ласковнев, Ю.Ф. Иванов, Е.А. Петрикова и др., *Модификация структуры и свойств эвтектического силумина электронно-ионно-плазменной обработкой*, Минск: Беларус. Навука, 2013.

- [9] В.Е. Громов, Ю.Ф. Иванов (под ред.), *Структура, фазовый состав и свойства титана после комплексных упрочняющих технологий*. Новокузнецк: Изд. центр СибГИУ, 2015.
- [10] Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов (под ред.) *Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки*. Томск: Изд-во НТЛ, 2016.
- [11] Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, Комплексная электронно-ионно-плазменная обработка поверхности алюминия в едином вакуумном цикле, *Известия высших учебных заведений. Физика*, **62**, 59, 2019; doi: 10.17223/00213411/62/7/59
- [12] Yu.N. Akhmadeev, Yu.F. Ivanov, O.V. Krysina, et al., Electron–ion–plasma modification of carbon steel, *High Temperature Material Processes*, vol. **25**, 47, 2021; doi: 10.1615/HighTempMatProc.2021038031
- [13] В.В. Шугуров, И.В. Лопатин, Ю.Х. Ахмадеев, И.И. Мерзляков, Дуговое напыление покрытий на основе оксида алюминия в элионном режиме, *MaTeD*, vol. **5**, 129, 2023; doi: 10.54708/26587572_2023_5515129
- [14] F.B. Pickering, *Physical Metallurgy and the design of steels*, Materials science series, Applied science publishers LTD, 1978.
- [15] М.И. Гольдштейн, Б.М. Фарбер, *Дисперсионное упрочнение стали*, Москва: Металлургия, 1979.
- [16] T. Toronen, H. Kotilainen, and P. Nehonen, Combination of elementary hardening mechanisms in Fe-Cr-Mo-V-steel, *Proc. Int. Conf. Martensite Trans. ICOMAT-1979*, Cambridge, 1437, 1979.