

Структура и свойства высокохромистой стали после поверхностной обработки

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. Представлены результаты анализа закономерностей преобразования структуры, механических и трибологических свойств высокохромистой нержавеющей стали, имеющих место на различных этапах комплексной обработки, сочетающей в различной последовательности элионный метод азотирования, облучение импульсным электронным пучком и поверхностное легирования. Объектом исследования являлась сталь марки 20X23N18. Напыление пленки титана толщиной 0.5 мкм осуществляли на установке «КВИНТА» вакуумно-дуговым испарением катода из технически чистого титана марки ВТ1-0 в режиме с плазменным ассистированием в среде аргона. Облучение материала осуществляли импульсным электронным пучком на установке «СОЛО» (18 кэВ, (10–30) Дж/см², 200 мкс, 0.3 с⁻¹, 3 имп., давление рабочего газа (аргон) в камере установки 0.02 Па). Азотирование стали проводили на установке «ТРИО» в элионном режиме в плазме газового разряда низкого давления при температуре (793–873) К в течение (1–5) час. Показано, что модифицирование образцов указанными методами позволяет формировать в поверхностном слое стали многофазную субмикро- нанокристаллическую структуру, микротвердость и износостойкость которой многократно превосходят соответствующие характеристики исходного материала.

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

1. Введение

Комплексная обработка, основанная на использовании концентрированных потоков энергии (КПЭ) [1–7], сочетающая в различной последовательности насыщение поверхностного слоя детали атомами газовых элементов (азот, кислород, углерод), напыление тонких пленок различных металлов с последующим перемешиванием под действием КПЭ, нанесение твердых и сверхтвердых покрытий различного назначения и т.д., в настоящее время широко используется в различных отраслях промышленности [8–10]. Следствием такой обработки является градиентная субмикро- нанокристаллическая многофазная структура, формирующаяся в поверхностном слое толщиной в десятки-сотни микрометров.

Цель настоящей работы состояла в выявлении и анализе закономерностей преобразования структуры, механических и трибологических свойств стали, формирующихся на различных этапах комплексной обработки, сочетающей элионный метод азотирования, облучение импульсным электронным пучком и поверхностное легирования.

2. Материал и методики исследования

В качестве объекта исследования использовалась аустенитная высокохромистая сталь марки 20X23N18 (0.2С, 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.%) [11]. Модифицирование структурно-фазового состояния стали осуществляли следующими методами: (1) азотирование в плазме газового разряда низкого давления, (2) облучение импульсным электронным пучком и последующее азотирование, (3) формирование системы «пленка/подложка», облучение импульсным электронным пучком и последующее азотирование.

Азотирование стали 20X23N18 осуществляли в плазме газового разряда низкого давления в интервале температур (793–873) К в течение (1–5) часов на установке «ТРИО» (ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН), работающей в ионном и элионном режимах. Суть элионного метода азотирования заключается в использовании для нагревания и поддержания температуры

процесса электронную компоненту плазмы [12, 13]. Облучение стали импульсным электронным пучком осуществляли на установке «СОЛО» (ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН) при следующих параметрах: 18 кэВ, (10–30) Дж/см², 200 мкс, 0.3 с⁻¹, 3 имп., давление рабочего газа (аргон) в камере установки 0.02 Па [2]. Пленку титана толщиной 0.5 мкм наносили на одну из сторон образца размерами 15×15×5 мм, которая была предварительно подвергнута полировке с помощью алмазной пасты различной зернистости. Работа проводилась на установке «КВИНТА» (ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН) [10].

Структуру и фазовый состав образцов исследовали методами сканирующей (прибор SEM 515 Philips) и просвечивающей (прибор JEOL JEM-2100F) электронной дифракционной микроскопии тонких фольг в режиме на просвет и в режиме сканирования. Фольги (объекты исследования 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 при нагрузке на индентор 0.5 Н. Исследование трибологических (коэффициент трения и параметр износа) характеристик модифицированного поверхностного слоя ВЭС осуществляли на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBotester при следующих параметрах: шарик из твердого сплава ВК8 диаметром 6 мм, радиус дорожки трения 2 мм, путь, пройденный контртелом 100 м, скорость вращения образца 25 мм/с, нагрузка на индентор 2 Н. Трибологические испытания осуществляли в условиях сухого трения при комнатной температуре.

3. Результаты исследования и обсуждение

Установлено, что насыщение азотом аустенитной высокохромистой стали 20X23H18 в плазме газового разряда низкого давления сопровождается формированием многофазной структуры пластинчатого типа с чередующимися пластинами аустенита и нитрида железа; поперечные размеры пластин не превышают 10 нм (Рис. 1).

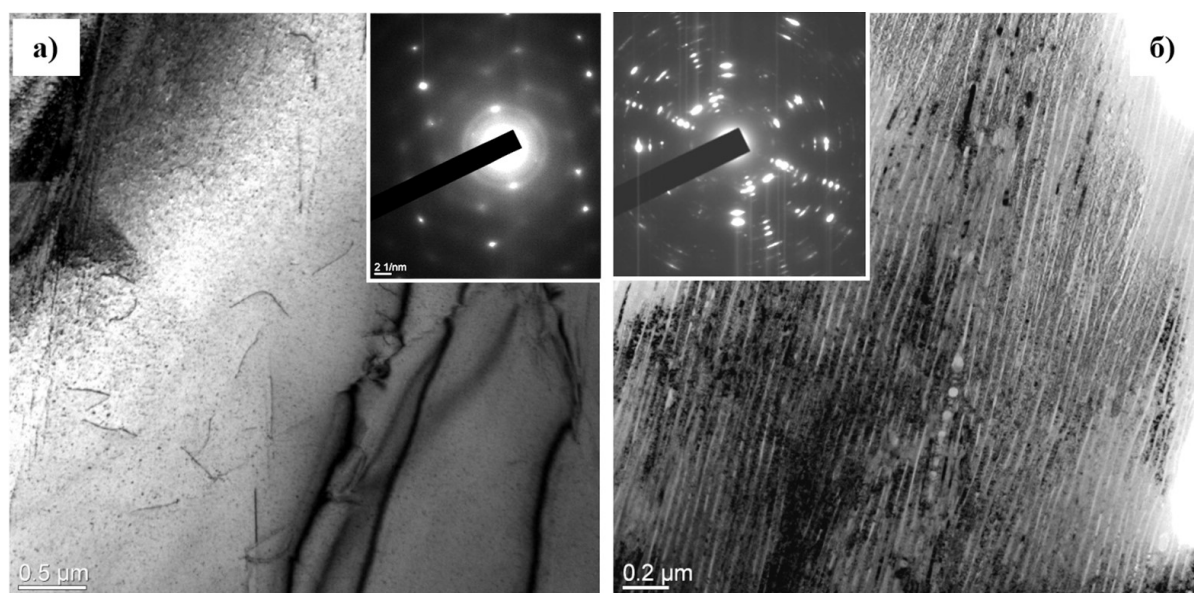


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение структуры стали 20X23H18 в исходном состоянии (а) и после эионного азотирования (б).

Показано, что нагревание образцов до температуры азотирования электронной составляющей плазмы (элионный режим азотирования) (не зависимо от температуры и длительности процесса) приводит к существенно меньшему (в 2.2–3.5 раза) уровню шероховатости R_a материала по сравнению с образцами, нагревание которых при азотировании осуществляли ионной составляющей плазмы. Показано, что при элионном методе азотирования максимальная твердость достигает 11 ГПа и при температуре 793 К практически не зависит от времени азотирования (1–5 час.). Толщина модифицированного слоя составляет (55–60) мкм и слабо зависит от метода азотирования, температуры и длительности процесса. Установлено, что при элионном азотировании при температуре 793 К, 3 часа параметр износа стали 20X23N18 в ≈ 200 раз меньше параметра износа стали в исходном состоянии. Полученные результаты позволяют рекомендовать элионный метод азотирования при упрочнении поверхностей деталей с высокой чистотой поверхности, к примеру, технологическая оснастка для высокотемпературных процессов, рабочие и направляющие лопатки авиационных, газовых и паровых турбин, мембраны, погружная часть, корпуса датчиков давления и уровня и т.п.

Установлено, что облучение стали 20X23N18 импульсным электронным пучком (18 кэВ, 10 Дж/см², 200 мкс, 3 имп. и 0.3 с⁻¹), не доводя поверхностный слой стали до плавления, способствует формированию высокодефектного слоя толщиной (20–30) мкм (Рис. 2).

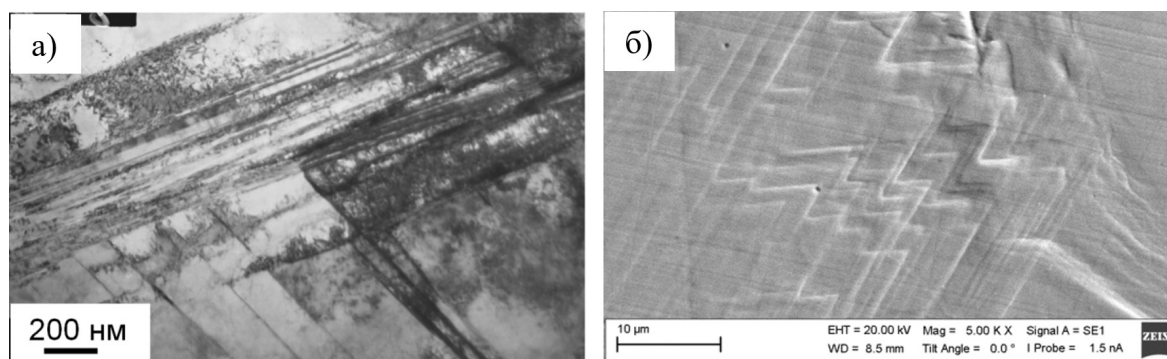


Рис. 2. Структура поверхностного слоя стали 20X23N18, облученной импульсным электронным пучком, выявленная методами просвечивающей (а) и сканирующей (б) электронной микроскопии.

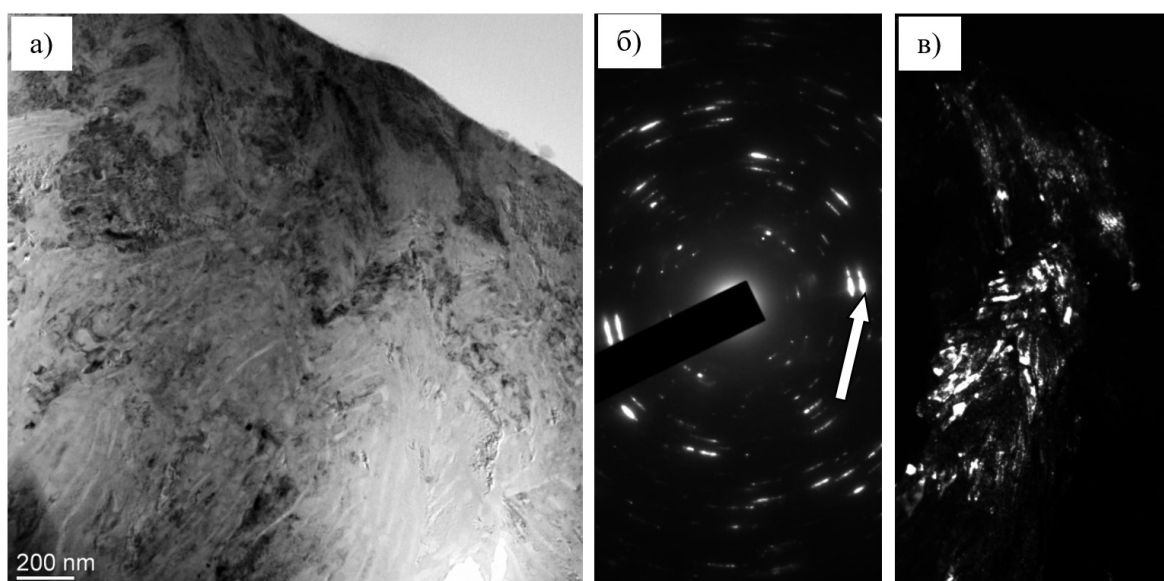


Рис. 3. Структура поверхностного слоя стали, подвергнутой комплексному модифицированию; а – светлое поле; б – микроэлектронограмма; в – темное поле в рефлексе $[200]\text{Fe}_2\text{N}$ (рефлекс указан стрелкой на (б)).

Показано, что твердость стали, облученной импульсным электронным пучком и подвергнутой элионному азотированию, составляет (13–15) ГПа. Выявлен режим элионного азотирования (793 К, 3 час.), при котором износостойкость стали более чем в 2.5 раза превышает износостойкость стали, азотированной в ионном режиме и более чем в 100 раз – износостойкость стали до модифицирования. Высокие прочностные и трибологические свойства модифицированной стали обусловлены формированием, в результате комплексной обработки, поверхностного слоя, в объеме зерен которого (на стадии облучения импульсным электронным пучком) образуется субзеренная структура размерами (250–400) нм. На стадии азотирования в объеме субзерен формируется наноразмерная структура пластинчатого типа, подобная структуре, приведенной на Рис. 1, представленная исключительно нитридами железа и нитридами хрома, расположенными чередующимся образом (Рис. 3). Таким образом, в результате данной комплексной обработки в поверхностном слое стали наблюдается образования наноструктурированного керамического (нитридная керамика) слоя пластинчатой морфологии.

Установлено, что комплексная обработка поверхностного слоя стали 20X23H18, сочетающая поверхностное легирование титаном, осуществленное облучением системы «пленка (Ti)/(сталь) подложка» импульсным электронным пучком (18 кэВ, 30 Дж/см², 200 мкс, 0.3 с⁻¹, 3 имп., давление рабочего газа (аргон) в камере установки 0.02 Па) и последующее азотирование (793 К, 1 час.) приводит к формированию многослойной многофазной субмикро- нанокристаллической структуры в поверхностном слое толщиной более 10 мкм (Рис. 4). Модифицирование структурно-фазового состояния материала сопровождается увеличением микротвердости поверхностного слоя стали в 6 раз относительно соответствующей характеристики стали в исходном состоянии. Показано, что параметр износа k (величина, обратная износостойкости) и коэффициент трения μ после облучения системы «пленка/подложка» и последующего азотирования составляют $k = 0.56 \cdot 10^{-6}$ мм³/Н·м, $\mu = 0.22$. Для сравнения: в случае исходной стали $k = 174 \cdot 10^{-6}$ мм³/Н·м, $\mu = 0.57$; для стали после облучения $k = 520 \cdot 10^{-6}$ мм³/Н·м, $\mu = 0.74$.

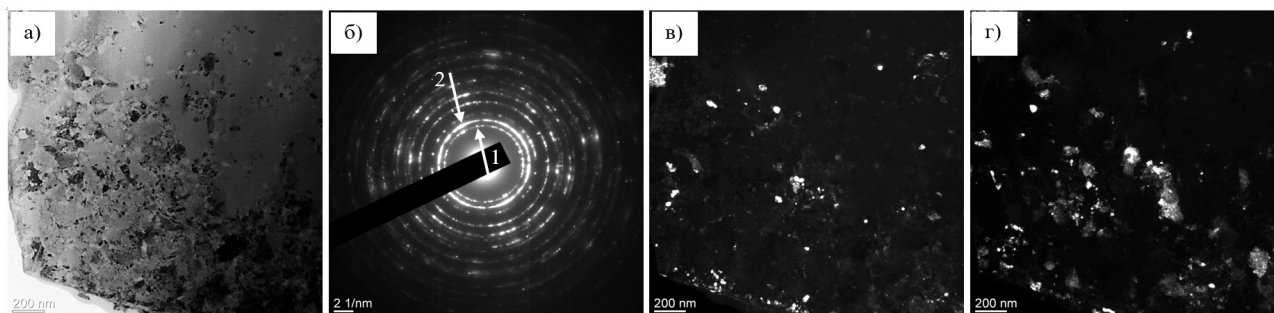


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя стали, модифицированной в результате комплексной обработки; а – светлое поле; б – микроэлектроннограмма; в, г – темные поля, полученные в рефлексах $[110]\text{Fe}_2\text{N} + [111]\text{CrN}$ (в) и $[111]\gamma\text{-Fe} + [002]\text{Fe}_2\text{N} + [210]\text{TiN}$ (г). На (б) стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля: 1 – для (в), 2 – для (г).

4. Заключение

Осуществлен анализ результатов, полученных при исследовании структуры, механических (микротвердость) и трибологических (износостойкость и коэффициент трения) свойств высокохромистой аустенитной стали 20X23H18, подвергнутой обработке концентрированными потоками энергии (азотирование в плазме газового разряда в элионном режиме, облучение импульсным электронным пучком). Показано, что модифицирование образцов использованными в работе методами позволяет формировать в поверхностном слое

стали многофазную субмикро- нанокристаллическую структуру, микротвердость и износостойкость которой многократно превосходят соответствующие характеристики исходного материала. Полученные результаты позволяют рекомендовать комплексный метод модифицирования, сочетающий в различной последовательности облучение материала импульсным электронным пучком, поверхностное легирование и элионное азотирование, для упрочнения деталей с высокой чистотой поверхности, к примеру, технологическая оснастка для высокотемпературных процессов, рабочие и направляющие лопатки авиационных, газовых и паровых турбин, мембраны, погружная часть, корпуса датчиков давления и уровня и т.п.

Благодарность

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

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

5. Литература

- [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] Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф., Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке, *Изв. вузов. Физика*, **51**, 60, 2008.
- [3] Ротштейн В.П., Проскуровский Д.И., Озур Г.Е., Иванов Ю.Ф., *Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками*, Сиб. отд. РАН. Новосибирск: СО РАН: Наука, 2019.
- [4] Zhao W.J., Remnev G.E., Yan S., Opekounov M.S., Le X.Y., Matvienko V.M., Han B.X., M. Xue J., and Wang Y.G., Intense pulsed ion beam sources for industrial applications, *Rev. S. Instrum.*, vol. **71**, 1045, 2000; doi: 10.1063/1.1150382
- [5] Кадыржанов К.К., Комаров Ф.Ф., Погребняк А.Д. и др., *Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов*, Москва: Изд-во МГУ, 2005.
- [6] Углов В.В., Черенда Н.Н., Анищик В.М. Асташинский В.М., Квасов Н.Т., *Модификация материалов компрессионными плазменными потоками*, Минск: БГУ, 2013.
- [7] Коваль Н.Н., Ахмадеев Ю.Х., Денисов В.В., Воробьёв М.С., Девятков В.Н., Островерхов Е.В., Ковальский С.С., Яковлев В.В., 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] Ласковнев А.П., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А. и др., *Модификация структуры и свойств эвтектического силумина электронно-ионно-плазменной обработкой*, Минск: Беларус. Навука, 2013.
- [9] *Структура, фазовый состав и свойства титана после комплексных упрочняющих технологий*, под ред. В.Е. Громова, Ю.Ф. Иванова, Новокузнецк: Изд. центр СибГИУ, 2015.
- [10] *Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки*, под общ. ред. Н.Н. Ковалья и Ю.Ф. Иванова, Томск: Изд-во НТЛ, 2016.

- [11] Солнцев Ю.П., Пряхин Е.И., Войткун Ф., *Материаловедение: Учебник для вузов*, Москва: МИСИС, 1999.
- [12] Akhmadeev Yu.N., Ivanov Yu.F., Krysina O.V. et al, Electron–ion–plasma modification of carbon steel, *High Temperature Material Processes*, vol. **25**, 47, 2021;
doi: 10.1615/HighTempMatProc.2021038031
- [13] Шугуров В.В., Лопатин И.В., Ахмадеев Ю.Х., Мерзляков И.И., Дуговое напыление покрытий на основе оксида алюминия в элионном режиме, *MaTeD*, vol. **5**, 129, 2023;
doi: 10.54708/26587572_2023_5515129