

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА НАСЫЩАЮЩЕГО ГАЗА ПРИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКЕ НА СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ В АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

¹Москвина В.А., ¹Майер Г.Г., ¹Астафурова Е.Г., ²Рамазанов К.Н., ²Есипов Р.С., ¹Астафуров С.В.,
¹Панченко М.Ю., ¹Реунова К.А., ¹Мельников Е.В.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

²Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия

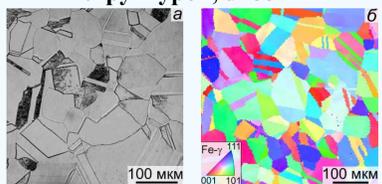
Актуальность работы. Аустенитные нержавеющие стали (АНС) востребованы в современной промышленности из-за их высокой пластичности, формуемости и коррозионной стойкости. Несмотря на это, АНС имеют недостаточную износостойкость и низкую поверхностную твердость. Одним из перспективных методов, позволяющих улучшить поверхностные свойства АНС, является поверхностное упрочнение атомами внедрения – азотирование, карбидизация, нитроцементация и борирование. Эти обработки способствуют модификации структуры и фазового состава поверхностного слоя в АНС и улучшению их физико-механических и эксплуатационных свойств. К примеру, поверхностное насыщение стали большим количеством азота изменяет структуру и фазовый состав в поверхностной области, и образующиеся диффузионные слои состоят из метастабильного перенасыщенного азотом твердого раствора аустенита (γ_N) с ГЦК кристаллической решеткой. Хотя азотированные слои обладают высокой твердостью и коррозионной стойкостью, в большинстве случаев они характеризуются неоднородностью толщины слоя и резким падением твердости на границе раздела слой/матрица. Одним из эффективных способов решения этой проблемы является варьирование состава насыщающих газов (основного и дополнительного) при ионно-плазменной обработке (ИПО) сталей. Такой подход позволяет варьировать толщину слоя и формировать более гладкие профили за счет добавления различного типа газов (насыщающих или активирующих поверхность). На сегодняшний день в литературе практически отсутствуют данные о прямом сравнении механизмов поверхностного упрочнения при ИПО в зависимости от изменения основного или дополнительного газа при их фиксированном соотношении. В данной работе, при сохранении фиксированного соотношения (основной / дополнительный) 30%/70% газовой смеси, рассматриваются два различных состава: (i) N_2 частично заменяется ацетиленом (25% N_2 + 5% C_2H_2) в основной компоненте с сохранением 70% (Ar) дополнительной компоненты газовой смеси, (ii) Ar частично заменяется водородом в дополнительной компоненте (62% Ar + 8% H_2) с сохранением (N_2) 30% основного газа.

Целью данной работы является сравнительное исследование фазового и элементного состава, микротвердости и морфологии упрочненных слоев, образованных в результате поверхностной ионно-плазменной обработки в различных насыщающих газовых смесях образцов аустенитной нержавеющей стали AISI 316L.

Объект исследования и экспериментальная часть

Объект исследования - АНС Fe-17Cr-13Ni-2.7Mo-1.7Mn-0.6Si-0.01C (мас. %) (аналог AISI 316L)

Исходные образцы с аустенитной структурой, $d=55$ мкм



Ионно-плазменная обработка (ИПО)

$T=540^\circ\text{C}$ (12 ч) $P=300$ Па

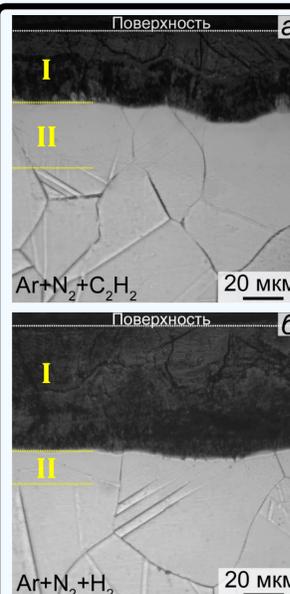
Разный состав газовой смеси при ИПО
Основной/дополнительный газ (30/70)

N_2 (30%)+ H_2 (8%)+
Ar (62%)
ИПО-NCH

N_2 (25%)+ C_2H_2 (5%)+
Ar (70%)
ИПО-NH

Методы исследования:

- Оптическая микроскопия - световой микроскоп (ОМ) Altami MET 1С;
- Сканирующая электронная микроскопия (микроскоп Quanta 200 3D);
- Электронная оже-спектроскопия (система «Шхуна-2»);
- Рентгеновские исследования (дифрактометр ДРОН-7, Со-К α -излучение);
- Измерения микротвердости по глубине упрочненных слоев (микротвердомер Duramin 5, нагрузка 25 г).



Морфология упрочненных поверхностных слоев в ИПО-образцах

Независимо от состава газовой смеси, ИПО приводит к формированию в образцах АНС поверхностно-упрочненной области глубиной $\approx 50\text{--}55$ мкм. На протравленных «косых» поперечных шлифах ИПО-образцов наблюдали двухслойную микроструктуру. Внешние композиционные слои (I), обладают повышенной травимостью, нижележащие диффузионные слои (II) демонстрируют слабую травимость для обоих типов ИПО-образцов. Граница между этими слоями четко различима и довольно неоднородна. Наблюдаемая высокая травимость внешних слоев свидетельствует о том, что аустенит, пересыщенный элементами внедрения, в процессе ИПО распадается с образованием вторичных фаз. И наоборот, слабая травимость диффузионных слоев может указывать на локальное повышение коррозионной стойкости к травителю. Под слоями I и II в ИПО-образцах наблюдали исходную аустенитную крупнозернистую структуру.

Рис. 1. Изображения поперечных сечений («косые» шлифы) протравленных поверхностных слоев в образцах нержавеющей стали 316L: а - ИПО-NCH, б - ИПО-NH, I – композиционный слой, II - диффузионный слой.

Рентгенофазовый анализ упрочненных поверхностных слоев в ИПО-образцах

Рентгенограмма образцов в исходном состоянии (до ИПО) содержит отражения только от аустенитной фазы ($Fe-\gamma$) с параметром решетки $a_\gamma = 0,359$ нм.

Согласно рентгенофазовому анализу, ионно-плазменная обработка приводит к фазовым превращениям в поверхностной области образцов.

На рентгенограммах для обоих типов ИПО-образцов, гетерофазный поверхностный слой состоит из легированного азотом и углеродом аустенита ($Fe-\gamma_{N,C}$), нитридов и карбонитридов $Fe_4(N,C)$ и $Cr(N,C)$ и малой доли $Fe-\alpha_{N,C}$, а внутренний диффузионный слой представлен преимущественно фазой $Fe-\gamma_{N,C}$ (рис. 2).

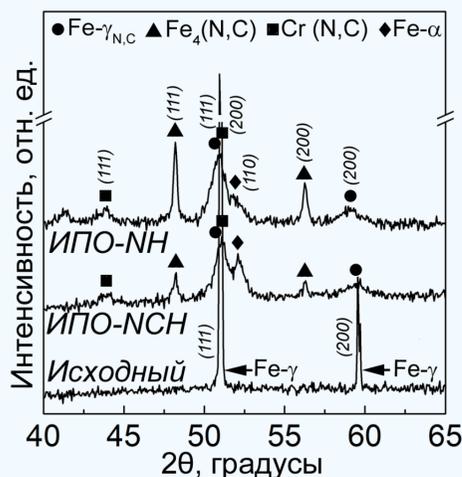


Рис. 2. Рентгенограммы, полученные на образцах стали в исходном состоянии и после ионно-плазменной обработки с разным составом насыщающей смеси.

Для ИПО-NH образцов линии от $Fe-\gamma_{N,C}$ сильнее смещены в области малых углов дифракции, а линии фазы Fe_4N , имеют более высокую интенсивность (рис. 2). Это говорит о том, что ИПО-NH образцы обладают более высокой концентрацией атомов внедрения в твердом растворе аустенита по сравнению с упрочненным слоем в ИПО-NCH образцах.

Различная стойкость к травителю в областях I и II ИПО-образцов обусловлена различиями в фазовом составе образцов (рис. 1). При заданной температуре ИПО (540°C) пересыщенный атомами N и C аустенит ($Fe-\gamma_{N,C}$) распадается с образованием карбонитридов $Cr(N,C)$ и $Fe_4(N,C)$ и небольшой долей $\alpha\text{-Fe}$. Этот набор фаз соответствует фазовому составу внешнего слоя и сопровождается повышенной травимостью ИПО-образцов. Диффузионный подповерхностный слой имеет более низкую концентрацию атомов внедрения в аустените, недостаточную для его распада и образования вторичных фаз при ИПО, таким образом, в диффузионной зоне вся концентрация атомов N и/или C находится в твердом растворе.

Профили распределения микротвердости и элементов внедрения по глубине упрочненных слоев в ИПО-образцах

После ИПО поверхностная микротвердость образцов была увеличена в четыре раза (до $16,4 \pm 0,5$ ГПа для ИПО-NCH и $14,9 \pm 0,8$ ГПа для ИПО-NH) по сравнению с исходным значением ($3,7 \pm 0,5$ ГПа). Профили распределения микротвердости по глубине изменяются нелинейно до глубины $\approx 50\text{--}55$ мкм и имеют три характерные области: I – композиционный слой, II – диффузионный слой и III – аустенитная матрица (рис. 3). Композиционные слои I имеют разную толщину: $\approx 10\text{--}13$ мкм в ИПО-NCH и $\approx 22\text{--}28$ мкм в ИПО-NH образцах.

Наибольшие концентрации элементов внедрения для обоих типов образцов совпадают с композиционными слоями. Затем концентрации постепенно снижаются в направлении от поверхностного слоя (I) к диффузионному слою (II) и матрице (рис. 3). Изменение концентрации азота и углерода в образцах по глубине определяются составом газов при ИПО. Образцы, обработанные в газовой смеси, содержащей ацетилен и азот (ИПО-NCH), характеризуются высокой концентрацией углерода в поверхностном слое, а концентрация азота незначительна и практически не изменяется по толщине слоя, несмотря на наличие высокой концентрации азота в смеси (рис. 3). Образцы, обработанные в газовой смеси с добавлением водорода (ИПО-NH) имеют высокую концентрацию азота в поверхностном слое (рис. 3). По-видимому, добавление водорода в состав газовой смеси увеличивает коэффициент диффузии азота при ИПО. Результаты оже-электронной спектроскопии хорошо согласуются с профилями распределения значений микротвердости по глубине слоев в ИПО-образцах: чем выше концентрация элементов внедрения, тем выше значения микротвердости в упрочненном слое.

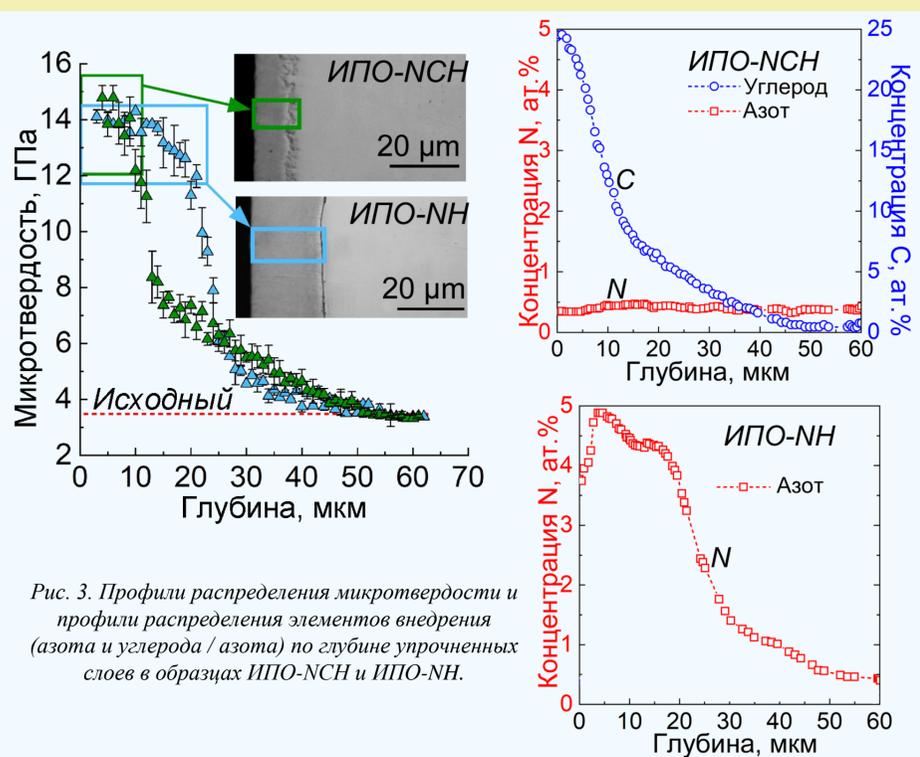


Рис. 3. Профили распределения микротвердости и профили распределения элементов внедрения (азота и углерода / азота) по глубине упрочненных слоев в образцах ИПО-NCH и ИПО-NH.

Выводы. Диффузионная ионно-плазменная обработка в двух различных составах насыщающей смеси способствует образованию поверхностных упрочненных слоев разной толщины в образцах аустенитной нержавеющей стали. Морфология, распределение микротвердости по глубине слоев, их фазовый и элементный состав зависят от состава насыщающего газа при ИПО-обработке. При добавлении водорода (частичная замена дополнительной компоненты (Ar) газовой смеси), азот распределяется более равномерно и глубже проникает в сталь с преимущественным образованием твердого раствора азота в аустените и последующим осаждением нитридов. При частичной замене азота ацетиленом (замена основной компоненты насыщающего газа), диффузия азота в сталь оказывается подавленной по сравнению с углеродом. Одновременное поверхностное насыщение стали азотом и углеродом приводит к образованию сложных карбонитридов и твердорастворному упрочнению аустенита. Независимо от состава насыщающего газа при ИПО-обработке стали, поверхностная микротвердость стали была в четыре раза увеличена по сравнению с таковой для исходных стальных образцов.