

УДК 621.891+621.762:71

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗНАШИВАНИЯ УПРОЧНЕННОЙ ИОНАМИ АЗОТА АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12X18H10T

В.А. Кукареко¹, В.В. Можаровский², А.В. Кушнеров¹, С.А. Марьин²

¹Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск

²Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины

REGULARITIES OF WEAR OF AUSTENITIC STEEL AISI 321 STRENGTHENED BY NITROGEN IONS

V.A. Kukareko¹, V.V. Mozharovsky², A.V. Kushnerou¹, S.A. Marjin²

¹The Joint Institute of Mechanical Engineering of NAS of Belarus, Minsk

²F. Scorina Gomel State University

Представлены результаты исследования структуры, микротвердости и данные триботехнических испытаний образцов стали 12X18H10T, подвергнутой обработке ионами азота при различных температурах. Показано, что при ионном азотировании стали образуются упрочненные слои толщиной от 3 до 18 мкм, характеризующиеся повышенной твердостью (до 1400 HV 0,05) и содержащие азотистый аустенит γ_N , а также нитридные фазы γ'_N и CrN. Установлено, что в процессе трения образцов стали с упрочненным слоем, происходит переход от стадии постепенного медленного изнашивания азотированного слоя к его ускоренному износу при уменьшении толщины слоя до 3–5 мкм. Сделано заключение, что ускоренный износ тонких модифицированных слоев вызван пластической деформацией подложки и фазовым $\gamma \rightarrow \alpha$ превращением в ней, приводящими к растрескиванию поверхностного слоя.

Ключевые слова: аустенитные стали, азотирование, микротвердость, фазовый состав, износостойкость, контактное взаимодействие.

The results of the study of the structure, microhardness, and data from tribological tests of AISI 321 steel samples treated with nitrogen ions at various temperatures are presented. It is shown that the ion nitriding of steel forms hardened layers with a thickness of 3 to 18 microns, characterized by increased hardness (up to 1400 HV 0.05) and containing nitrogenous austenite γ_N , as well as nitride phases γ'_N and CrN. It is established that during the friction of steel samples with a hardened layer, the transition from the stage of gradual slow wear of the azo-tated layer to its accelerated wear occurs when the layer thickness decreases to 3 – 5 microns. It is concluded that accelerated wear of thin modified layers is caused by plastic deformation of the substrate and phase $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation in it, which leads to cracking of the surface layer.

Keywords: austenitic steels, nitriding, microhardness, phase composition, wear resistance, contact interaction.

Введение

Контактное фрикционное взаимодействие, лежащее в основе таких явлений как трение и изнашивание, в значительной степени определяет работоспособность ответственных деталей и узлов современных машин. В связи с этим создание новых конструкционных материалов, обладающих высоким уровнем сопротивления разрушению при трении, является актуальной проблемой современного физического материаловедения. Одним из наиболее перспективных путей решения указанной проблемы является создание материалов с модифицированными поверхностными слоями, обладающими повышенными физико-механическими свойствами и стойкостью к разрушению в процессе фрикционного взаимодействия (износостойкостью) [1]–[3]. Поскольку процессы фрикционного взаимодействия материалов сопровождаются резким повышением температуры, интенсивным пластическим деформированием и структурно-фазовыми превращениями в тонких поверхностных слоях, то сведения о физических механизмах накопления

дефектов строения и разрушения в процессе фрикционного контактного взаимодействия материалов с модифицированными поверхностными слоями имеют большое практическое значение.

Аустенитные нержавеющие стали с 18% Cr и 10% Ni, получившие весьма широкое распространение при изготовлении изделий в машиностроении, химической и пищевой промышленности и функционирующие в условиях агрессивных сред и повышенной влажности, характеризуются низким уровнем прочностных и триботехнических характеристик, что существенно ограничивает область их применения. В связи с этим задача повышения трибо-механических характеристик коррозионностойких аустенитных сталей весьма актуальна. Использование методов поверхностного легирования (например, ионного азотирования) аустенитных нержавеющих сталей может существенно увеличить их сопротивление изнашиванию. При этом весьма важной проблемой является установление механизма разрушения при трении упрочненных поверхностных слоев коррозионностойких сталей, имеющих

низкие значения прочностных характеристик подложки (основы). Задачей исследования является изучение особенностей разрушения при трении градиентных материалов с упрочненными слоями и пластичной основой.

1 Методика эксперимента

Исследование проводилось на образцах (размерами 8×6×5 мм), вырезанных из прокатанного сплава 12X18H10T. Ионно-лучевая обработка осуществлялась с помощью ионного источника с замкнутым дрейфом электронов [4]. Источник генерировал пучок ионов ленточного типа длиной 120 мм и шириной 25 мм. При обработке использовалась система механического сканирования облучаемых поверхностей. Имплантация проводилась при энергии ионов азота 3 кэВ, плотности ионного тока 2 мА·см⁻². Флюенс падающих ионов составлял $\approx 3 \cdot 10^{19}$ см⁻². Температура образцов в процессе обработки поддерживалась при 620, 670, 690, 720, 770 К. Микротвердость измерялась на приборе DuraScan 20 при нагрузке 50 грамм. Триботехнические испытания по схеме возвратно-поступательного перемещения проводили на автоматизированном триботестере АТВП, оснащённом устройством для измерения коэффициента трения. В качестве контртела использовалась пластина из закаленной стали У8 (800 HV 10). Испытания проводили в условиях трения без смазочного материала при номинальном давлении $p = 1,0$ МПа. Средняя скорость перемещения образца относительно контртела составляла $\approx 0,1$ м·сек⁻¹. Рентгеноструктурный анализ проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3.0 в монохроматизированном CoK_α излучении, при напряжении 30 кВ

и анодном токе 10 мА. Съёмки осуществлялись в режиме сканирования с временем набора импульсов рассеянного рентгеновского излучения на точку, равном 15 с. Для расшифровки фазового состава использовалась картотека PDF.

2 Результаты и их обсуждение. Структура стали

В исходном состоянии сталь 12X18H10T имеет аустенитную структуру с периодом решетки $a = 0,3592$ нм. Твердость стали составляет 230 HV 10, а микротвердость 250 HV 0,05. Ионное азотирование нержавеющей стали при 620, 670, 690, 720 и 770 К приводит к образованию модифицированных слоев толщиной соответственно равной 3–4, 5–6, 9–11, 12–14, 15–18 мкм (рисунок 2.1, а, б, в, г, д). При этом микротвердость поверхностного слоя составляет 450, 900, 1100, 1400 и 1300 HV 0,05 соответственно.

Фазовый состав упрочненного слоя после ионной обработки при 620–720 К: азотистый аустенит (γ_N -фаза) и нитридная фаза на основе ГЦК решетки с гексагональными искажениями (γ'_N -фаза) (рисунок 2.2) [5]. При повышенных температурах имплантации (770 К) в слое регистрируются частицы CrN и азотистый мартенсит (α -фаза), а также нитридная фаза γ'_N . Нитрид хрома CrN структурного типа NaCl имеет ГЦК решетку ($a = 0,4140$ нм). Образование α -фазы с ОЦК кристаллической решеткой вызвано выделением большого количества моонитрида CrN и обеднением вследствие этого матричной γ -фазы хромом. Последнее приводит к понижению стабильности матричной ГЦК решетки и к образованию α -фазы при охлаждении стали с температур

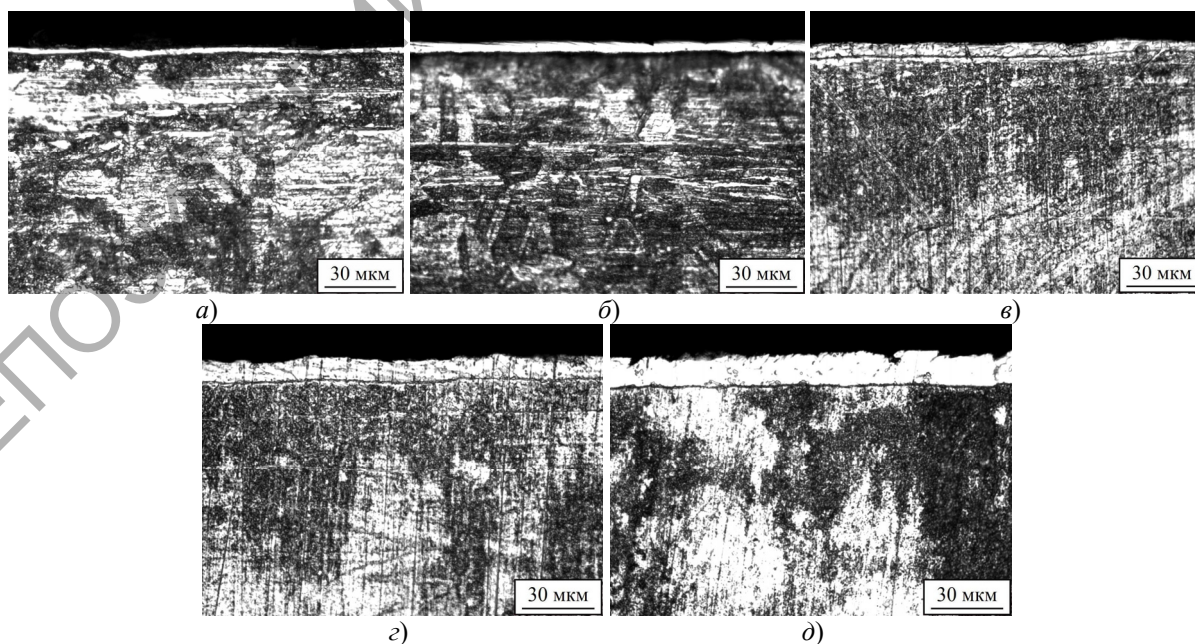


Рисунок 2.1 – Микроструктура модифицированной ионами азота стали 12X18H10T: а) обработка при 620 К; б) то же при 670 К; в) то же при 690 К; г) то же при 720 К; д) то же при 770 К

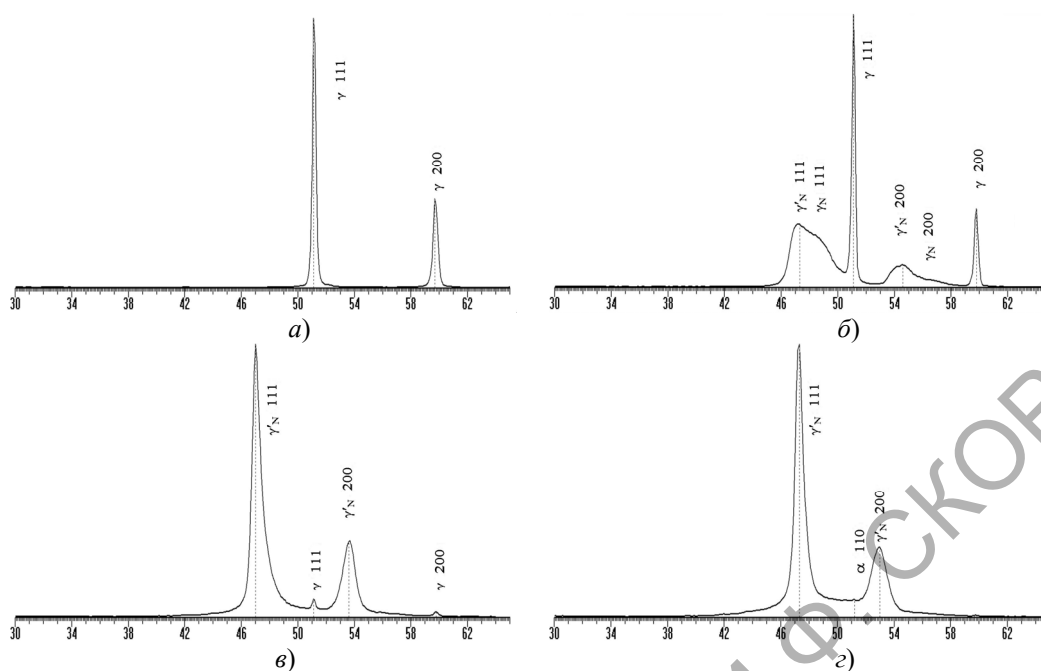


Рисунок 2.2 – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм ($\text{CoK}\alpha$), полученных от поверхности образцов стали 12X18H10T в исходном состоянии (а) и обработанных ионами азота при 620 К (б), 670 К (в), 720 К (г)

азотирования. Фазовое $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, протекает по механизму прерывистого распада в обедненных хромом участках модифицированного слоя [5], [6].

3 Триботехнические свойства

Зависимости линейного износа при трении без смазки стали 12X18H10T от режима ее обработки приведены на рисунке 3.1. Можно видеть, что в исходном состоянии интенсивность изнашивания I_h стали при трении без смазки весьма велика ($I_h \approx 1 \cdot 10^{-5}$). Фрикционное взаимодействие приводит к адгезионному схватыванию и задиру с образованием на поверхности характерной бороздчатой структуры, содержащей участки вырывов (рисунок 3.2, а).

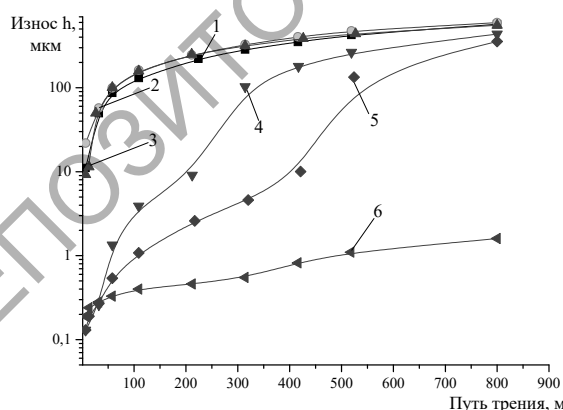


Рисунок 3.1 – Зависимости линейного износа от пути трения образцов стали 12X18H10T, обработанной по различным режимам: 1 – исходное состояние; 2 – обработка ионами азота при 620 К; 3 – то же при 670 К; 4 – то же при 690 К; 5 – то же при 720 К; 6 – то же при 770 К

Данные рентгеноструктурного анализа свидетельствуют о фазовом $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении в зоне трения. Мартенситным превращением, по-видимому, обусловлено и существенное возрастание микротвердости поверхности трения (от 230 до 500 HV 0,05). Вместе с тем коэффициент трения в данном случае относительно невелик и составляет $f \approx 0,65$. Сочетание высокой интенсивности износа с низким коэффициентом трения свидетельствует о низком уровне энергии активации разрушения неупрочненной аустенитной стали.

Ионно-лучевая обработка азотом при 620–670 К, приводящая к формированию модифицированных градиентных слоев толщиной от 3 до 6 мкм, не обеспечивает существенного возрастания износостойкости поверхности стали в условиях фрикционного контактного взаимодействия без смазочного материала (рисунок 3.1). При испытаниях модифицированный слой удаляется с поверхности уже на первых метрах пути трения, и интенсивность изнашивания достигает уровня значений, присущих стали в исходном неупрочненном состоянии $I_h \approx 1 \cdot 10^{-5}$ (рисунок 3.3). При переходе к более высоким температурам ионной обработки сталей (690, 720 и 770 К), приводящим к существенному увеличению толщины модифицированных слоев, износостойкость слоя весьма существенно возрастает (рисунок 3.1). В частности, для имплантированной азотом при 690–720 К нержавеющей стали зависимость линейного износа от пути трения имеет характерный вид с выраженным периодом приработки (до 100 м) и стадией установившегося трения (100–400 м). Интенсивность изнашивания

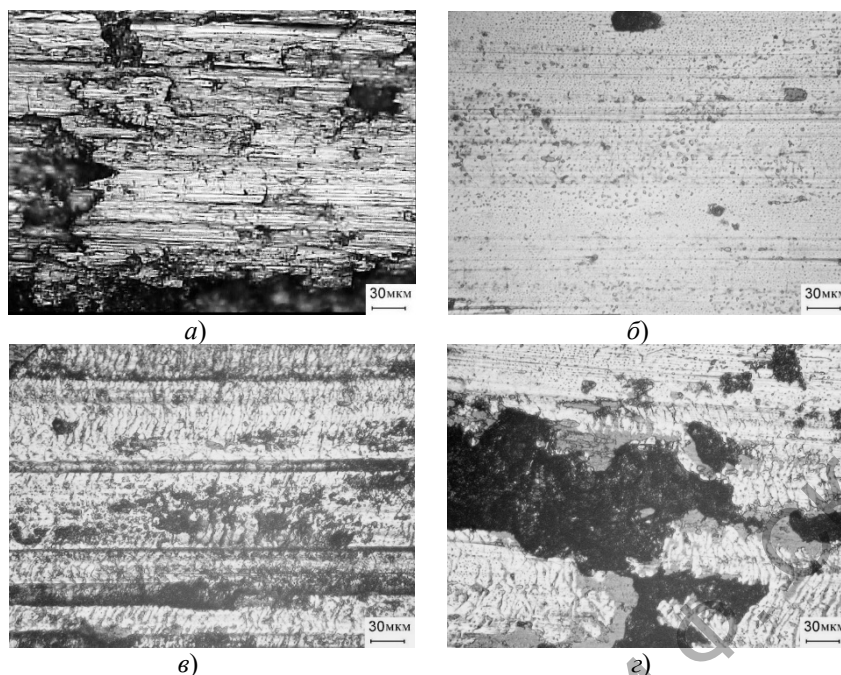


Рисунок 3.2 – Микроструктура поверхности трения стали 12X18H10T в исходном (неупрочненном) состоянии (а) и обработанной ионами азота при 720 К, путь трения: б) 200 м; в) 400 м; г) 500 м

модифицированного слоя на стадии установившегося трения в $\sim 50\text{--}100$ раз ниже, чем у необработанной стали и составляет $I_h = 1\text{--}3 \cdot 10^{-7}$ (рисунок 3.3).

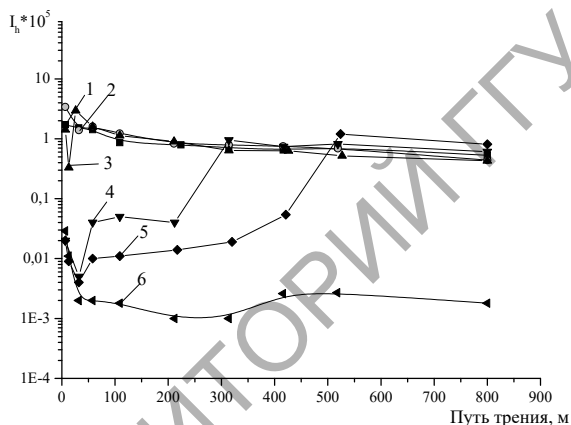


Рисунок 3.3 – Зависимости интенсивности линейного изнашивания I_q от пути трения образцов стали 12X18H10T, обработанной по различным режимам: 1 – исходное состояние; 2 – обработка ионами азота при 620 К; 3 – то же при 670 К; 4 – то же при 690 К; 5 – то же при 720 К; 6 – то же при 770 К

На этих стадиях испытания поверхность трения модифицированного слоя выглаживается и приобретает характерный зеркальный блеск (рисунок 3.2). Кроме этого, при испытаниях регистрируется повышенный уровень значений коэффициента трения до $f = 0,8\text{--}0,9$, что указывает на увеличение энергии активации процесса разрушения для модифицированного при 690–

720 К слоя. Отмеченные особенности процесса изнашивания свидетельствуют о высоких антифрикционных свойствах модифицированного слоя, прочность которого не позволяет ему продавливаться в пятнах контакта. Толщина изношенного слоя после пробега 100 м не превышала 1–3 мкм. Вместе с тем результаты рентгеноструктурных исследований поверхности трения модифицированной ионами азота аустенитной стали типа X18H10T показывают, что уже на этих стадиях испытаний на дифракционной картине появляются линии α -фазы [7]. Последнее указывает на пластическую деформацию подповерхностных неимплантированных слоев, приводящую к фазовому $\gamma \rightarrow \alpha$ превращению в них. Дальнейшее увеличение пробега ≥ 200 м для стали, модифицированной при 690 К и ≥ 400 метров для стали, обработанной при 720 К и более приводит к резкой интенсификации износа (рисунок 3.3). Толщина модифицированного слоя на этих стадиях испытаний уменьшается до 3–5 мкм. При этом на поверхности трения азотированной стали появляется сеть поперечных микротрещин, свидетельствующих о растрескивании азотированного слоя (рисунок 3.2, в). В участках с периодически расположенными поперечными микротрещинами (рисунок 3.2, в) под воздействием переменных сдвиговых напряжений при трении происходит углубление трещин с образованием зон глубинного выкрашивания и отслаиванием покрытия (рисунок 3.2, г). Затем на поверхности трения образуются характерные борозды изнашивания, свидетельствующих о развитии процессов адгезионного схватывания и задира, а

интенсивность изнашивания модифицированного слоя возрастает и выходит на уровень значений, характерных для немодифицированной стали (рисунок 3.3). При этом микротвердость поверхности снижается до 500–600 HV 0,05, а на рентгеновских дифрактограммах от поверхностей трения стали на поздних стадиях испытаний регистрируются интенсивные дифракционные линии α -фазы [7]. Последнее свидетельствует о выходе на поверхность трения немодифицированных азотом подповерхностных слоев и образовании в них мартенсита деформации при фрикционном взаимодействии.

Таким образом, в процессе трения образцов стали с упрочненным слоем происходит переход от стадии постепенного медленного изнашивания азотированного слоя к его ускоренному (катастрофическому) износу при уменьшении толщины слоя до 3–5 мкм. Результаты триботехнических испытаний стали, обработанной ионами азота при 770 К и обладающей наибольшей глубиной азотированного слоя, показали, что сталь обладает наиболее высокой износостойкостью. При этом интенсивность изнашивания на пути трения 800 м составляет $I_h \cong 1 \cdot 10^{-8}$, чистота поверхности трения близка к зеркальной, а микротвердость сохраняется на уровне исходных значений.

Для понимания причин ускоренного разрушения материалов с упрочненными слоями при трении необходимо рассмотреть особенности деформирования поверхностных слоев материалов с градиентной структурой. При большой толщине упрочненного слоя (≥ 8 –10 мкм) нагрузка на пластичную основу при трении незначительна и в ней не протекают акты пластической деформации, что обеспечивает высокую износостойкость градиентного материала. В процессе изнашивания градиентного материала по мере истирания упрочненного поверхностного слоя происходит перераспределение сдвиговых напряжений, действующих в неупрочненном подповерхностном слое. При этом вследствие несоответствия упругой деформации твердого поверхностного слоя и пластической деформации подложки в упрочненном слое появляются растягивающие напряжения, которые возрастают по мере уменьшения толщины упрочненного слоя. Дополнительным фактором, способствующим увеличению растягивающих напряжений, действующих в тонких упрочненных слоях, может выступать фазовое $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, протекающее в подповерхностном слое (основе) и сопровождающееся увеличением их удельного атомного объема. Формирование растягивающих напряжений способствует образованию микротрещин в поверхностном слое с последующим распространением микротрещин в глубокие подповерхностные слои и образованием частиц износа (рисунок 3.3). Протекание описанных выше явлений может иметь место также при трении

градиентных материалов, полученных осаждением твердых покрытий на пластичную основу.

Следует отметить, что с позиции механики деформируемого твердого тела решение данной проблемы – создание материалов с упрочненными поверхностными слоями, представляет значительный интерес. С аналитическим и численным подходами к решению аналогичных задач можно ознакомиться, например, в работах [8]–[11]. При этом следует отметить, что современные исследования показывают существенную зависимость напряженного состояния слоистых тел, в том числе и упругих покрытий с упругой подложкой (основанием), от физико-механических характеристик (значений модулей упругости, коэффициентов Пуассона, микротвердости и т. д.) как покрытий, так и подложки. Максимальные касательные напряжения, которые способствуют разрушению слоистой системы, в основном, концентрируются на границе раздела «покрытие – основание» или вблизи поверхности и существенно зависят от коэффициента трения, геометрической формы, а также упругих свойствах контртела, вступающего в контакт. Так, например, на рисунке 3.4 представлены результаты расчета по методу конечных элементов максимальных напряжений в слоистой среде при контакте цилиндрического индентора. Предполагается, что в зоне контакта давление задано и распределено, например, по параболическому закону: $p(x) = p_0 \left(1 - \frac{x^2}{a^2}\right)$, $p_0 = \frac{3P}{4a}$, действие касательных усилий (при учете трения в зоне контакта), согласно закона Кулона: $q(x) = f \cdot p(x)$, где f – коэффициент трения.

Общая картина распределения напряжений представлена изолиниями максимальных напряжений. Максимальные суммарные напряжения достигаются в слое покрытия вблизи поверхности и достигают значения $0,6 p$. Для этого примера принимаем, что для материала основания модуль упругости $E_2 = 1,10 \cdot 10^5$ МПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,26$, толщина основания – 100 мкм. Материал покрытия имеет модуль упругости $E_1 = 4,80 \cdot 10^5$ МПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,22$, коэффициент трения индентора по покрытию $f = 0,15$, толщина покрытия $h = 1$ мкм, $a = 0,5$ мкм. Характер распределения максимальных касательных напряжений τ_{\max} в покрытии сходен с распределением их в упругом основании, однако наибольшее значение τ_{\max} и глубина, на которой они действуют, зависят от отношений области контакта контртела упрочненного слоя, приложенного к упрочненному слою, и его толщины. Для относительно толстых покрытий максимум τ_{\max} напряжений может достигаться внутри покрытия или на границе раздела, а для

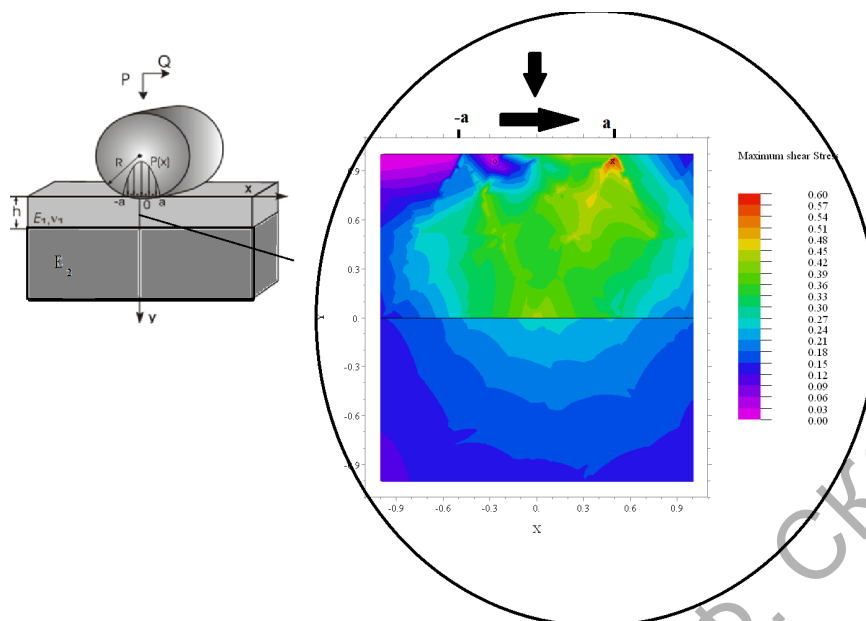


Рисунок 3.4 – Распределение полей максимальных напряжений τ_{\max}

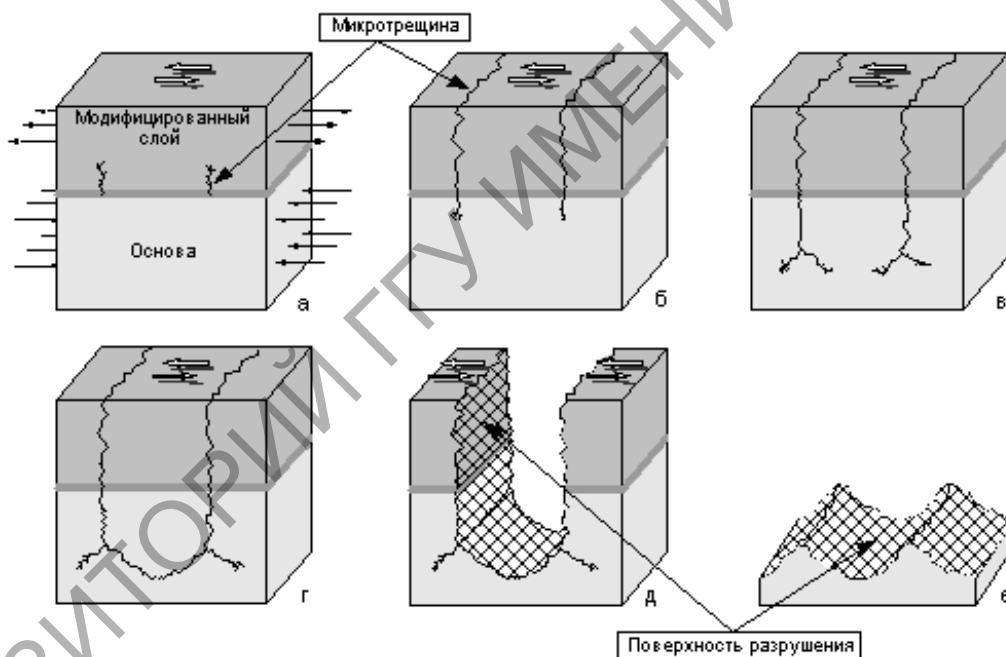


Рисунок 3.5 – Схема развития микротрещин при трении материалов с модифицированными твердыми слоями

более тонких – внутри основания. Исходя из выше указанных позиций следует, что возможное разрушение слоистой среды происходит по схеме, представленной на рисунке 3.5.

Таким образом, напряженное состояние, разрушение и износ модифицированного слоя при трении в значительной степени зависит от многих факторов, а именно, от геометрических и механических свойств как покрытия, так и основания. Кроме того, существенный вклад вносят трибологические свойства поверхности и механические (а также геометрические) параметры

контртела, вступающего в контакт с модифицированным покрытием. Тонкое покрытие катастрофически изнашивается вследствие интенсивной пластической деформации материала основы, толстое – изнашивается постепенно до тех пор, пока его толщина обеспечивает сохранение несущей способности слоя за счет снижения действующих в подслое напряжений и температур. Увеличение прочностных свойств подложки будет уменьшать ее пластическую деформацию при трении и замедлять скорость накопления в ней дефектов и зарождения микротрещин.

Заключение

Исследованы структурно-фазовое состояние, дюрOMETрические и триботехнические свойства материалов с упрочненными ионами азота слоями и пластичной основой. Установлено, что в фазовом составе упрочненного слоя при 620–720 К регистрируется азотистый аустенит и нитридная фаза на основе ГЦК решетки с гексагональными искажениями (γ'_N). При повышенных температурах азотирования (770 К) в слое присутствуют частицы CrN, азотистый мартенсит, а также нитридная фаза γ'_N .

Показано, что наиболее высокая износостойкость регистрируется у образцов стали, подвергнутых ионному азотированию при 770 К, что обусловлено наибольшей толщиной формирующегося при этом упрочненного слоя. Установлено, что при трении стали по мере уменьшения толщины модифицированного азотом слоя до 3–5 мкм фиксируется его ускоренное изнашивание. Данное явление связано с тем, что в процессе фрикционного взаимодействия при истирании упрочненного слоя происходит перераспределение сдвиговых напряжений, действующих в неупрочненном подповерхностном слое (подложке) стали. При этом, вследствие несоответствия упругой деформации твердого поверхностного слоя и пластической деформации подложки, в упрочненном слое появляются растягивающие напряжения, возрастающие по мере уменьшения его толщины. Увеличению растягивающих напряжений в поверхностном слое также способствует фазовое $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение в подложке при трении. Формирование растягивающих напряжений приводит к образованию микротрещин в тонком упрочненном поверхностном слое стали, которые распространяются в подповерхностные слои с образованием частиц износа.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Инженерия поверхностей конструкционных материалов с использованием плазменных и пучковых технологий* / А.В. Белый, А.С. Калинин, О.Г. Девойно, В.А. Кукарко. – Минск: Беларуская навука, 2017. – 457 с.
2. *Структура и механизмы деформирования и разрушения твердых покрытий в условиях фрикционного взаимодействия* / А.В. Колубаев, А.В. Белый, И.А. Буяновский, Е.А. Колубаев, В.А. Кукарко, О.В. Сизова, М.М. Хрущов // Известия ВУЗов. Физика. – 2019. – Т. 62, № 8. – С. 52–83.

3. *Musil, J. Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness* / J. Musil // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Vol. 207. – P. 50–65.

4. *Белый, А.В. Высокоинтенсивная низкоэнергетическая имплантация ионов азота* / А.В. Белый // *Физическая мезомеханика*. – 2002. – Т. 5, № 1. – С. 95.

5. *Формирование и свойства наноструктурных поверхностных слоев в аустенитных сталях, подвергнутых ионно-лучевому азотированию* / А.В. Белый, В.А. Кукарко, И.И. Таран, С.К. Ших, С.Г. Сандомирский // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. – 2006. – № 7. – С. 100–106.

6. *Белый, А.В. Влияние режимов ионно-лучевого азотирования на структуру, микротвердость и магнитные свойства диффузионного слоя на аустенитной стали* / А.В. Белый, В.А. Кукарко, С.Г. Сандомирский // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2009. – № 3 (645). – С. 9–14.

7. *Механизм контактного разрушения при трении материалов с модифицированными ионами азота слоями* / П.А. Витязь, А.В. Белый, В.А. Кукарко, А.В. Колубаев, В.Е. Рубцов // *Актуальные проблемы прочности. Труды XLIII Международной конференции*. Витебск, Беларусь, 27 сентября – 1 октября 2004. – С. 281–291.

8. *Горячева, И.Г. Механика фрикционного взаимодействия* / И.Г. Горячева // М.: Наука, 2001. – 478 с.

9. *Можаровский, В.В. Прикладная механика слоистых тел из композитов* / В.В. Можаровский, В.Е. Старжинский // Минск: Наука и техника, 1988. – 271 с.

10. *Торская, Е.В. Моделирование фрикционного взаимодействия тел с покрытиями: автореф. дис. д-ра физ.-мат. наук*. – М., 2014. – 44 с.

11. *Можаровский, В.В. Математическое моделирование контактного взаимодействия цилиндрических тел из композиционных материалов* / В.В. Можаровский, С.А. Марьин, Н.А. Марьина // *Вычислительная математика и математические проблемы механики: матер. II Междунар. научн. конф.*, Львов, 31 августа – 4 сентября 2009 г. – Львов: Институт прикладных проблем математики и механики НАН Украины, 2009. – С. 288–290.

Работа выполнена при частичной поддержке БРФФИ, задание № Т20УКА – 012.

Поступила в редакцию 11.09.2020.