

УДК 621.793

*А.Н. Григорчик¹, В.А. Кукареко¹, М.А. Белоцерковский¹, А.В. Белый²*¹Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси (г. Минск)²Физико-технический институт НАН Беларуси (г. Минск)**СТРУКТУРА И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБРАБОТАННОГО ИОНАМИ АЗОТА ГАЗОТЕРМИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ ИЗ СТАЛИ 06X19H9T**

Аннотация. Исследовано влияние ионно-лучевого азотирования на структуру, фазовый состав и триботехнические свойства газотермического покрытия, полученного методом гиперзвукового напыления стали аустенитного класса 06X19H9T. Показано, что ионно-лучевая обработка приводит к увеличению микротвердости поверхностных слоев покрытий до 785 – 1410 HV 0,025 и износостойкости до 35 раз. На основании полученных результатов выбран температурный режим ионно-лучевого азотирования, обеспечивающий наиболее высокие триботехнические и прочностные свойства покрытий.

Ключевые слова: гиперзвуковая металлизация, ионно-лучевое азотирование, фазовый состав, микротвердость, износостойкость.

*A.N. Grigorchik¹, V.A. Kukareko¹, M.A. Belotserkovskii¹, A.V. Byel²*¹Joint Institute of Machine Building National Academy of Science of Belarus²Physicotechnical Institute National Academy of Science of Belarus**STRUCTURE AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF NITROGEN ION MODIFIED THERMAL-SPRAYED COATING OBTAINED FROM 06X19H9T STEEL**

Abstract. The effect of ion-beam nitriding on a structure, and phase composition as well as tribological properties of thermal-sprayed coating obtained by supersonic deposition of austenitic steel 06X19H9T was investigated. It was shown that ion-beam treatment results in an increase of microhardness of coatings surface layer up to 785 – 1410 HV 0.025 and wear resistance up to 35 times. Based on the obtained results the temperature regime of ion-beam nitriding which ensures the highest tribological and strength properties was chosen.

Keywords: hypersonic metallization, thermal spray coatings, ion-beam nitriding, phase composition, microhardness, wear resistance.

E-MAIL: v.kukareko@mail.ru

Использование традиционных методов газотермического напыления позволяет формировать покрытия, удовлетворяющие запросам многих промышленных предприятий и ремонтных производств. Однако свойства этих покрытий не всегда соответствуют повышенным требованиям к эксплуатационным характеристикам деталей машин, работающих в условиях современного производства. Это существенно сдерживает широкое распространение таких технологий [1]. Для повышения физико-механических характеристик (в частности, износостойкости, твердости и коррозионной стойкости) поверхностных слоев напыленных материалов на основе железа целесообразно использовать методы ионного легирования покрытий [2]; одним из перспективных методов является ионно-лучевое азотирование. Использование комбинированных технологий напыления и последующего ионно-лучевого азотирования раскрывает новые возможности в создании композиционных материалов с высокими триботехническими и прочностными свойствами.

В настоящей работе в качестве материала для исследования выбрано газотермическое покрытие из проволоочной стали аустенитного класса 06X19H9T, нанесенное методом гиперзвуковой металлизации. Для

получения газотермического покрытия использовали установку АДМ-10, разработанную в ОИМ НАН Беларуси [1]. Скорость полета напыляемых частиц составляла 400 – 500 м/с, размер частиц 5 – 40 мкм. Образцы размерами 10×6×5 мм для триботехнических испытаний и структурно-фазовых исследований вырезали из пластин размерами 100×50×6 мм, изготовленных из стали 45 с напыленным слоем из стали 06X19H9T. С целью повышения прочности сцепления покрытий с основой наносили промежуточный слой напылением проволоки из сплава X20H80. Ионно-лучевую обработку осуществляли на экспериментальной установке Физико-технического института НАН Беларуси с помощью ионного источника УВН-2М. Использовали следующие температуры азотирования: 650, 700, 750, 800, 850 и 870 К. Плотность тока ионного пучка составляла 2 мА/см², время обработки – 3 ч.

В настоящей работе были проведены металлографический и рентгеноструктурный анализы покрытий, измерение их микротвердости, а также триботехнические испытания. Рентгеновскую съемку выполняли в монохроматизированном кобальтовом K_{α} -излучении ($U = 30$ кВ, $I = 15$ мА) на дифрактометре «ДРОН-3». Запись линий осуществляли в режиме сканирования, шаг

сканирования составлял $0,1^\circ$, время набора импульсов в точке 10 с. Триботехнические испытания образцов покрытия проводили на трибометре АТВП, оснащённом устройством для определения коэффициента трения. Испытания осуществляли по схеме возвратно-поступательного движения контактирующих тел при средней скорости взаимного перемещения $0,1$ м/с. Сравнительные испытания триботехнических свойств образцов проводили в режиме трения без смазочного материала при удельной нагрузке $1,5$ МПа. При испытаниях использовали контртело размерами $90 \times 40 \times 5$ мм, изготовленное из закаленной стали У8 (800 HV 10). Измерение величины износа призматических образцов осуществляли весовым методом с использованием аналитических весов АДВ-200М, погрешность измерения массы образца составляла $0,05$ мг. Испытания проводили до достижения $20\,000$ циклов с промежуточными взвешиваниями. Путь трения составлял 1200 м. Измерения микротвердости по Виккерсу проводили на твердомере DuraScan 20 при нагрузке на индентор $P = 25$ г ($0,24$ Н).

При напылении было сформировано покрытие из аустенитной стали 06X19H9T толщиной примерно $0,6 - 0,8$ мм. Микроструктура полученного покрытия приведена на рис. 1, а. В результате напыления формируется слоистое покрытие с остаточной пористостью, не превышающей 5% , и повышенным содержанием оксидов (примерно $20 - 25\%$) на границах напыленных частиц. Фазовый состав покрытия из стали 06X19H9T в исходном состоянии следующий: 67% γ -Fe; 8% α -Fe; 25% Fe_3O_4 и FeO (по объему) (рис. 2, а). Микротвердость покрытия в исходном состоянии составляет 375 HV $0,025$.

В результате ионно-лучевого азотирования при температурах $650 - 870$ К на поверхности покрытия образуется модифицированный слой толщиной $10 - 50$ мкм (см. таблицу), где представлены основные структурные, триботехнические характеристики и фазовый состав газотермического покрытия из аустенитной стали 06X19H9T в исходном состоянии, а также после ионно-лучевого азотирования при различных температурах.

Микроструктура покрытия, подвергнутого ионно-лучевому азотированию при 700 К, представлена на

рис. 1, б. Характерной особенностью модифицированного ионами азота слоя в газотермических покрытиях является его переменная глубина по сечению. Причиной образования азотированного слоя переменной глубины является существенное замедление диффузии азота на оксидных пленках, расположенных между напыленными частицами.

После обработки ионами азота при 650 и 700 К на рентгеновских дифрактограммах от поверхностных слоев покрытия регистрируются следующие фазы: γ -Fe, α -Fe, γ'_N , Fe_3O_4 . Микротвердость поверхностного слоя покрытия при этом возрастает до 785 и 1145 HV $0,025$ соответственно. Здесь необходимо указать, что присутствие на дифрактограммах линий от α - и γ -фаз связано с относительно малой толщиной азотированного слоя и большой глубиной эффективного рассеивающего слоя для кобальтового K_α -рентгеновского излучения. Далее необходимо отметить, что в процессе модифицирования азотом покрытий из стали 06X19H9T при относительно низких ($650, 700$ К) температурах происходит образование фазы γ'_N . Эта фаза представляет собой твердый раствор азота в матричной γ -фазе с гексагонально искаженной ГЦК решеткой [2]. По данным работы [3] указанные искажения кристаллической решетки матричной γ -фазы вызваны высокой концентрацией двойников и дефектов упаковки, генерируемых в процессе ионной обработки [4]. После ионного азотирования при температурах 750 и 800 К в поверхностном слое содержатся следующие фазы: γ -Fe, α -Fe, γ'_N , Fe_4N , CrN, Fe_3O_4 , а микротвердость достигает уровня максимальных значений примерно 1400 HV $0,025$. Существенное увеличение микротвердости покрытий связано с выделением большого количества нитридных фаз (γ'_N , Fe_4N , CrN). В результате ионного азотирования при 850 и 870 К в поверхностном слое регистрируются фазы: γ -Fe, α -Fe, CrN, Fe_3O_4 . Микротвердость покрытий после высокотемпературной обработки при 850 и 870 К снижается до 1155 и 995 HV $0,025$ соответственно. Снижение микротвердости азотированного поверхностного слоя покрытий связано с отсутствием в слое нитридных фаз (γ'_N , Fe_4N), а также коагуляцией частиц CrN (см. таблицу) и увеличением количества аустенита в слое до 65% .

Триботехнические испытания проводили в условиях сухого трения, позволяющего оценить износостойкость (рис. 3), сопротивление заеданию при жестком адгезионном взаимодействии и задиристость. Газотермическое покрытие в исходном состоянии характеризуется относительно низкой износостойкостью, интенсивность массового изнашивания (I_q) составляет $17,5 \cdot 10^{-3}$ мг/м (см. таблицу). В процессе триботехнических испытаний покрытий, обработанных при 650 К, происходит быстрый износ тонкого упрочненного слоя, и величина массового износа покрытия выходит на уровень значений, соответствующих износу исходного, необработанного ионами азота покрытия. При этом сред-

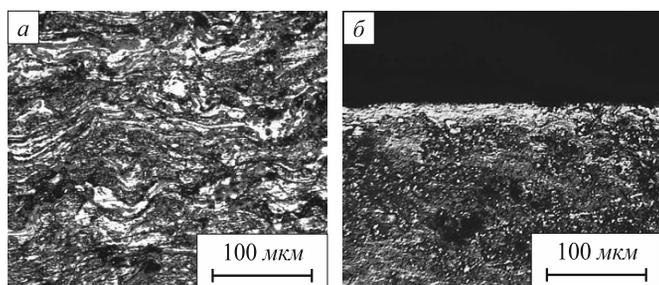


Рис. 1. Микроструктура газотермического покрытия из стали 06X19H9T в исходном состоянии (а) и после ионно-лучевого азотирования при 700 К в течение 3 ч (б)

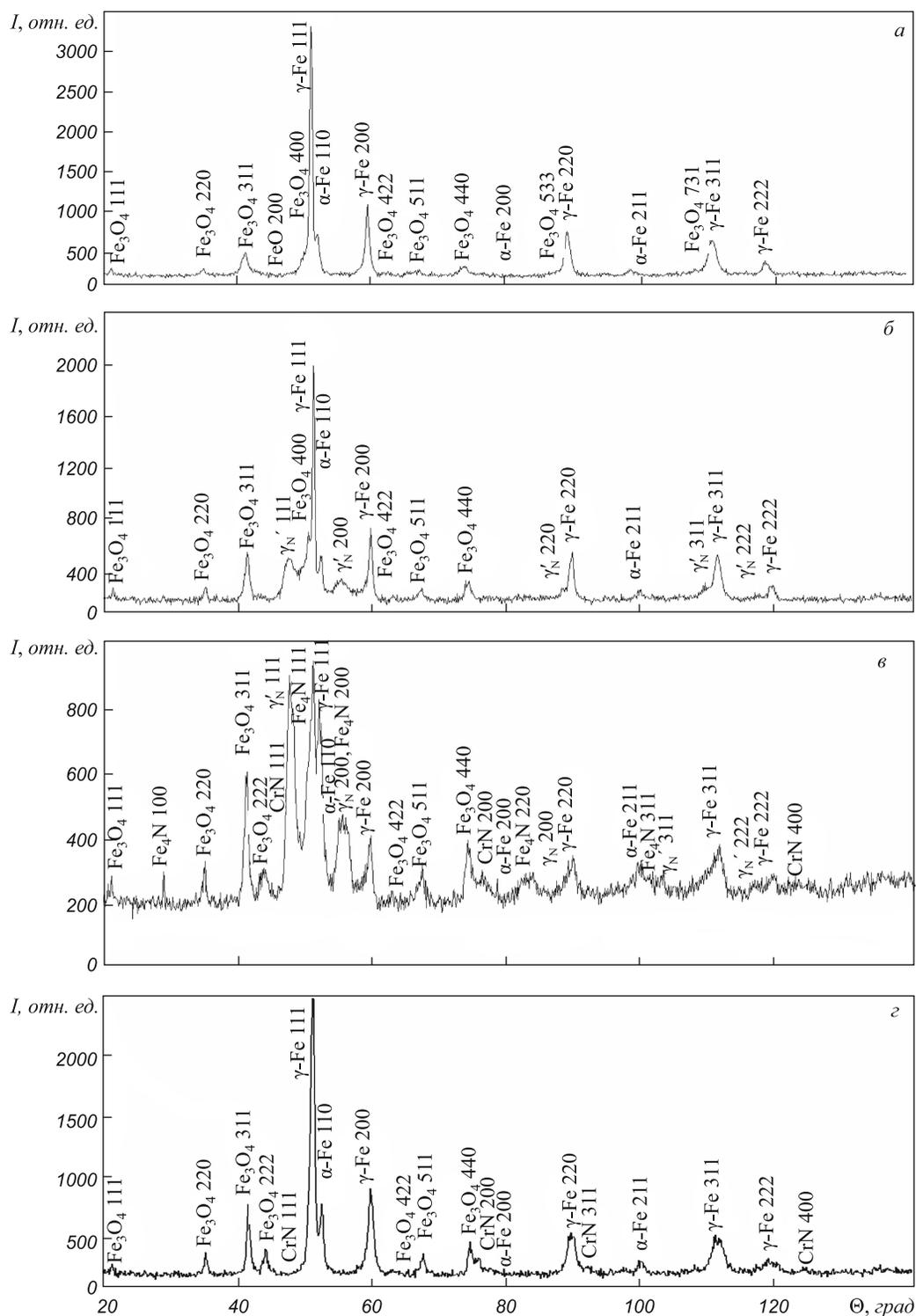


Рис. 2. Фрагменты рентгеновских дифрактограмм от поверхностных слоев покрытия из стали 06X19H9T в исходном состоянии (а) и после модифицирования – ионно-лучевого азотирования при 700 К (б), 800 К (в) и 870 К (г)

ная интенсивность массового изнашивания составляет $16,5 \cdot 10^{-3}$ мг/м.

В процессе испытаний азотированного при 700 К покрытия регистрируется существенное уменьшение его износа, интенсивность массового изнашивания составляет $1,8 \cdot 10^{-3}$ мг/м. Дальнейшее увеличение температуры азотирования до 750 К приводит к увеличению износостойкости покрытия в 35 раз по сравнению с ис-

ходным состоянием ($I_q = 0,5 \cdot 10^{-3}$ мг/м). Такой сильный рост износостойкости обусловлен образованием в азотированном слое большого количества фазы γ'_N , а также выделением нитридной фазы Cr_N при минимальном содержании аустенитной $\gamma\text{-Fe}$ фазы. Увеличение температуры ионно-лучевого азотирования до 800, 850 и 870 К приводит к постепенному снижению износостойкости покрытий (рис. 3). В частности, полученные значения

Характеристики газотермического покрытия из аустенитной стали 06Х19Н9Т в исходном состоянии и после ионно-лучевого азотирования при различной температуре (Т)

T, К	δ, мкм	HV 0,025	Фазовый состав	d, нм	I _q ·10 ³ , мг/м
Исходное состояние	–	375	γ-Fe, α-Fe, Fe ₃ O ₄ , FeO	–	17,5
650	10	785	γ-Fe, α-Fe, γ' _N , Fe ₃ O ₄	–	16,5
700	25	1145	γ-Fe, α-Fe, γ' _N , Fe ₃ O ₄	–	1,8
750	30	1410	γ-Fe, α-Fe, γ' _N , Fe ₄ N, CrN, Fe ₃ O ₄	9,0	0,5
800	40	1350	γ-Fe, α-Fe, γ' _N , Fe ₄ N, CrN, Fe ₃ O ₄	9,5	0,9
850	45	1155	γ-Fe, α-Fe, CrN, Fe ₃ O ₄	12,5	1,2
870	50	995	γ-Fe, α-Fe, CrN, Fe ₃ O ₄	15,5	1,6

Пр и м е ч а н и е. δ – глубина слоя; d – размер частиц CrN.

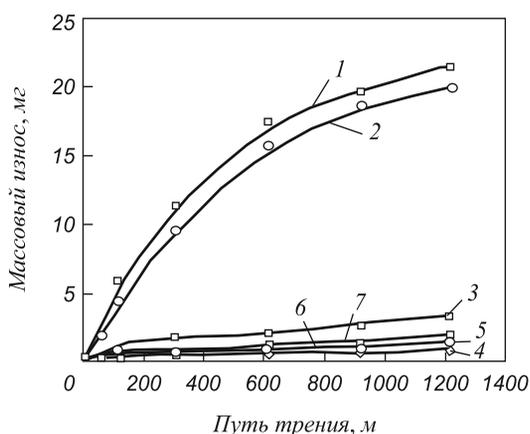


Рис. 3. Зависимость массового износа покрытий из аустенитной стали 06Х19Н9Т в исходном состоянии (1) и после обработки ионами азота N⁺ при 650 К (2), 700 К (3), 750 К (4), 800 К (5), 850 К (6) и 870 К (7) от пути трения

интенсивности массового изнашивания азотированного покрытия составляют 0,9·10⁻³, 1,2·10⁻³ и 1,6·10⁻³ мг/м соответственно (см. таблицу). Такое уменьшение износостойкости связано с коагуляцией частиц фазы CrN и увеличением количества аустенитной γ-Fe фазы.

На основании полученных данных можно заключить, что гиперзвуковые газотермические покрытия из аустенитной стали 06Х19Н9Т, подвергнутые ионно-лучевому азотированию, перспективно использовать в высоконагруженных триботехнических узлах, от которых требуется высокая износостойкость и сопротивление к заеданию при трении.

Выводы. Исследовано структурно-фазовое состояние, микротвердость и триботехнические характеристики модифицированного ионами азота газотермического покрытия из стали 06Х19Н9Т, полученного методом гиперзвуковой металлизации. Показано, что покрытие из высоколегированной аустенитной стали 06Х19Н9Т содержит α-фазу, γ-фазу, Fe₃O₄ и FeO, характеризуется относительно низкой (375 HV 0,025)

микротвердостью и износостойкостью (интенсивность массового изнашивания 17,5·10⁻³ мг/м). В результате ионно-лучевой обработки газотермического покрытия при 650 – 870 К формируются модифицированные слои толщиной 10 – 50 мкм. В азотированном поверхностном слое после обработки при этих температурах выделяются нитридные фазы γ'_N, (Fe, Cr)₄N и CrN. Микротвердость поверхностного слоя покрытия увеличивается до 785 – 1410 HV 0,025, а износостойкость возрастает до 35 раз. Наиболее высокие значения микротвердости (1350 – 1410 HV 0,025) и износостойкости (0,5·10⁻³ – 0,9·10⁻³ мг/м) для ионно-модифицированных газотермических покрытий из стали 06Х19Н9Т достигаются в результате обработки при температурах 750 – 800 К. На основании полученных данных сделано заключение, что обработанные ионами азота гиперзвуковые газотермические покрытия перспективно использовать для изготовления элементов пар трения, предназначенных для работы в высоконагруженных триботехнических узлах с повышенным сопротивлением заеданию.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Белоцерковский М.А., Витязь П.А., Азизов Р.О. Упрочнение газотермических покрытий. – Минск: Бестпринт, 2004 – 192 с.
2. Белый А.В., Кукареко В.А., Патеюк А. Инженерия поверхностей конструкционных материалов концентрированными потоками ионов азота. – Минск: Белорусская наука, 2007. – 244 с.
3. Белый А.В., Кукареко В.А., Таран И.И. и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2006. № 7. С. 100 – 106.
4. Riviere J.P., Meheust P., Villain J.P. Wear resistance after low-energy high-flux nitrogen implantation of AISI 304L stainless steel // Surface and Coatings Technology. 2002. Vol. 158 – 159. P. 647 – 652.

© 2014 г. А.Н. Григорчик, В.А. Кукареко, М.А. Белоцерковский, А.В. Белый
Поступила 6 марта 2013 г.