

СТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СТАЛИ У9, ЛЕГИРОВАННОГО АТОМАМИ ХРОМА ПОД ДЕЙСТВИЕМ КОМПРЕССИОННЫХ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ

*Н. Н. ЧЕРЕНДА¹⁾, А. А. МАЛАШЕВИЧ¹⁾,
В. В. УГЛОВ¹⁾, В. М. АСТАШИНСКИЙ²⁾, А. М. КУЗЬМИЦКИЙ²⁾*

¹⁾Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь

²⁾Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси,
ул. П. Бровки, 15, 220072, г. Минск, Беларусь

Исследованы элементный и фазовый составы, а также механические свойства поверхностного слоя инструментальной стали У9, легированного атомами хрома под действием компрессионных плазменных потоков, генерируемых магнитоплазменным компрессором компактной геометрии. Для изучения структуры и свойств модифицированного слоя использовались рентгеноструктурный анализ, растровая электронная микроскопия, энергодисперсионный микроанализ и измерение микротвердости. Установлено, что увеличение плотности энергии приводит к росту толщины легированного слоя, повышению интенсивности эрозии материала поверхности и, как следствие, к снижению концентрации хрома в данном слое. Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что легированный слой содержит метастабильную фазу γ -Fe, концентрация которой зависит от режимов воздействия. Присутствие метастабильной фазы связывается с ее стабилизацией атомами азота, диффундирующими из остаточной атмосферы вакуумной камеры. Формирование дисперсной структуры поверхностного слоя обуславливает увеличение его микротвердости более чем в два раза.

Ключевые слова: компрессионные плазменные потоки; структурно-фазовые изменения; легирование; инструментальная сталь.

Образец цитирования:

Черенда Н. Н., Малашевич А. А., Углов В. В., Асташинский В. М., Кузьмицкий А. М. Структура и фазовый состав поверхностного слоя стали У9, легированного атомами хрома под действием компрессионных плазменных потоков // Журн. Белорус. гос. ун-та. Физика. 2017. № 2. С. 102–107.

For citation:

Cherenda N. N., Malashevich A. A., Uglov V. V., Astashynski V. M., Kuzmitski A. M. The structure and phase composition of the U9 steel surface layer alloyed with chromium atoms under the action of compression plasma flows. *J. Belarus. State Univ. Phys.* 2017. No. 2. P. 102–107 (in Russ.).

Авторы:

Николай Николаевич Черенда – кандидат физико-математических наук; доцент кафедры физики твердого тела физического факультета.

Александр Анатольевич Малашевич – магистрант кафедры физики твердого тела физического факультета. Научный руководитель – Н. Н. Черенда.

Владимир Васильевич Углов – доктор физико-математических наук, профессор; заведующий кафедрой физики твердого тела физического факультета.

Валентин Миронович Асташинский – доктор физико-математических наук; заместитель директора по научной работе.

Антон Михайлович Кузьмицкий – старший научный сотрудник.

Authors:

Nikolai Cherenda, PhD (physics and mathematics); associate professor at the department of solid state physics, faculty of physics.

cherenda@bsu.by

Alexander Malashevich, master's degree student at the department of solid state physics, faculty of physics.

alexandermalashevich@gmail.com

Vladimir Uglov, doctor of science (physics and mathematics), full professor; head of the department of solid state physics, faculty of physics.

uglov@bsu.by

Valentin Astashynski, doctor of science (physics and mathematics); deputy director for research.

ast@hmti.ac.by

Anton Kuzmitski, senior researcher.

antey@hmti.ac.by

THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF THE U9 STEEL SURFACE LAYER ALLOYED WITH CHROMIUM ATOMS UNDER THE ACTION OF COMPRESSION PLASMA FLOWS

N. N. CHERENDA^a, A. A. MALASHEVICH^a,
V. V. UGLOV^a, V. M. ASTASHYNSKI^b, A. M. KUZMITSKI^b

^aBelarusian State University, Nezavisimosti avenue, 4, 220030, Minsk, Belarus

^bA. V. Luikov heat and mass transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus,
P. Brovka street, 15, 220072, Minsk, Belarus

Corresponding author: cherenda@bsu.by

In this work, the elemental and phase compositions as well as mechanical properties of the instrumental U9 steel surface layer alloyed with chromium atoms under the action of compression plasma flows, generated by the magnetoplasma compressor of compact geometry, were investigated. X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy, energy dispersion microanalysis, and microhardness measurements were used to study the modified layer structure and properties. The findings show that an increase of the energy density absorbed by the surface leads to growth of the alloyed layer thickness and to the increased surface erosion intensity and hence results in a decrease of the chromium concentration in this layer. X-ray diffraction analysis reveals the presence of the metastable γ -Fe phase in the alloyed layer. Existence of the metastable phase can be explained by its stabilization with the nitrogen atoms diffused from the residual atmosphere of the vacuum chamber. The concentration of this phase is depending on the treatment parameters. The formation of the surface layer dispersed structure leads to increase of the microhardness by a factor of two and more.

Key words: compression plasma flows; structural and phase changes; alloying; instrumental steel.

Введение

Модификация структуры и фазового состава поверхностных слоев различных материалов в целях улучшения их физико-механических свойств является актуальным направлением современного материаловедения и физики конденсированного состояния. Для модификации поверхностного слоя материалов широко используются пучки заряженных частиц (ионы и электроны), а также плазменные потоки. Такое воздействие позволяет передавать поверхностному слою материала высокую плотность энергии ($1-100 \text{ Дж/см}^2$) за относительно короткие промежутки времени ($0,1-100,0 \text{ мкс}$), что в условиях последующего быстрого охлаждения приводит к формированию неравновесных структурно-фазовых состояний, недостижимых при традиционных методах обработки [1].

Особый интерес в этом отношении представляют компрессионные плазменные потоки (КПП), генерируемые квазистационарными плазменными ускорителями, а также сильноточные электронные пучки, длительность импульса которых достигает 10^2 мкс . Воздействие таких потоков плазмы и электронных пучков на поверхность приводит к формированию расплава с большим временем существования, повышая при этом роль процесса массопереноса в жидкой фазе при формировании структурно-фазового состояния закристаллизовавшегося слоя, что позволяет использовать их в качестве эффективного инструмента поверхностного легирования материалов [2].

Комбинированный способ модификации, заключающийся в предварительном нанесении на поверхность мишени металлического покрытия и последующем воздействии КПП на систему покрытие – подложка, приводит к легированию поверхностного слоя обрабатываемого материала элементом покрытия. При таком подходе компрессионные плазменные потоки могут быть использованы, например, для существенного улучшения механических и коррозионных свойств поверхностных слоев инструментальных сталей, которые широко используются в различных отраслях промышленности. Проведенные ранее исследования показали положительное влияние на свойства сталей использования таких легирующих добавок, как хром [2]. Цель настоящей работы – исследование структуры, элементного и фазового составов поверхностного слоя стали У9, легированного атомами хрома под действием компрессионных плазменных потоков, и изучение влияния режимов обработки на формирование конечной структуры модифицированного слоя.

Методика эксперимента

Объектом исследований являлась сталь У9 (Fe – 97 %, С – 0,85...0,94 %, Si – 0,17...0,33 %, Mn – 0,17...0,33 %, S – до 0,028 %, Ni – до 0,25 %, Cr – до 0,2 %, Cu – 0,25 %) с ферритно-перлитной структурой. Перед обработкой КПП на поверхность образцов наносилось покрытие Cr толщиной 2 мкм

методом вакуумно-дугового осаждения (ток горения дуги – 100 А, напряжение смещения – 120 В, время нанесения – 10 мин). Обработку системы покрытие – подложка тремя импульсами компрессионной плазмы осуществляли в газоразрядном магнитоплазменном компрессоре (МПК) с плотностью энергии 9–19 Дж/см². Эксперименты проводили в режиме «остаточного газа», при котором предварительно откачанную вакуумную камеру МПК заполняли рабочим газом – азотом – до давления 400 Па.

Микроструктура поперечных шлифов образцов изучалась с использованием растрового электронного микроскопа LEO-1455 VP (Германия) (ускоряющее напряжение – 20 кВ, ток зонда – 5×10^{-7} А). Элементный состав образцов исследовался с помощью энергодисперсионного микроанализатора Oxford Instruments, сопряженного с растровым электронным микроскопом LEO-1455 VP. Относительная погрешность определения концентрации элементов не превышала 10 %.

Фазовый состав исследовался методом рентгеноструктурного анализа с помощью дифрактометра Rigaku Ultima IV (Япония) в излучении CuK_α в фокусировке параллельных пучков.

Измерения микротвердости, по Виккерсу, проводили на микротвердомере MDV-402 Wolpert Wilson Instruments (Великобритания) при нагрузке 0,49 Н, время выдержки под нагрузкой составило 10 с.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Легирование инструментальной стали У9 атомами хрома под действием КПП происходит в результате плавления покрытия и поверхностного слоя подложки и последующего жидкофазного перемешивания. После окончания действия плазмы идет этап быстрого охлаждения (со скоростью до 10^7 К/с) за счет теплоотвода на массу образца, обуславливающий формирование дисперсной структуры модифицированного слоя (рис. 1).

Исследование распределения элементного состава по глубине (см. рис. 1) показало, что толщина легированного хромом слоя составляет 5 и 10 мкм для исследуемых образцов, обработанных с плотностью энергии 9 и 19 Дж/см² соответственно.

Увеличение плотности поглощенной энергии, как видно из рис. 1, приводит к росту толщины модифицированного слоя, который можно разделить на две области: 1 – переплавленная область, которая характеризуется однородной дисперсной структурой, формирующейся в результате охлаждения расплава с высокой скоростью, и содержит атомы легирующего элемента – хрома; 2 – область термического воздействия, возникающая в результате структурно-фазовых превращений, проходящих в твердой фазе.

При обработке КПП с плотностью поглощенной энергии 9 Дж/см² средняя концентрация хрома в легированном слое составила около 6,5 вес. %. Увеличение плотности поглощенной энергии до 19 Дж/см² приводит к уменьшению концентрации хрома до 3,2 вес. %. Этот эффект может быть связан с увеличением толщины расплава и перераспределением легирующего элемента по большему объему расплава, а также с частичной эрозией хрома в результате высокотемпературного воздействия КПП.

Наличие эрозии поверхности при воздействии КПП подтверждается результатами измерения массы образцов до воздействия КПП и после него. Зависимость удаленной массы с единицы площади от плотности поглощенной энергии представлена на рис. 2, из которого следует, что в рассматриваемом диапазоне режимов она имеет линейный характер, а это согласуется с ранее полученными результатами на другом типе стали [3].

В работе [3] описан механизм эрозии поверхности при воздействии компрессионных плазменных потоков. Согласно этому механизму в области воздействия плазменного потока происходит вытеснение расплава за счет давления, которое оказывает ударно-сжатый слой на мишень. Если геометрические размеры мишени меньше диаметра плазменного потока, то ванна расплава будет вытесняться за пределы мишени. Увеличение плотности поглощенной энергии, вероятнее всего, сопровождается ростом давления, которое оказывает ударно-сжатый слой на поверхность расплава, что приводит к увеличению массы расплава, удаленной с поверхности обрабатываемой мишени [3].

Плавление поверхностного слоя исследуемой системы и последующее быстрое охлаждение приводят к изменению его фазового состава. Дифрактограммы образцов до обработки КПП и после нее представлены на рис. 3.

В результате воздействия КПП, как видно из рис. 3, происходит формирование высокотемпературной фазы аустенита ($\gamma\text{-Fe}$) с гранецентрированной кубической решеткой. Присутствие высокотемпературной γ -фазы при комнатной температуре может быть обусловлено ее стабилизацией различными примесями. Проведенные ранее исследования показали, что обработка компрессионными плазменными потоками, генерируемыми в атмосфере азота, сопровождается диффузией атомов азота в поверхностный слой преимущественно на этапе охлаждения [4]. Известно, что азот расширяет γ -область и относится к аустенитстабилизирующим примесям [4]. Следует отметить, что увеличение плотности поглощенной энергии сопровождается уменьшением интенсивности дифракционной линии аустенитной фазы

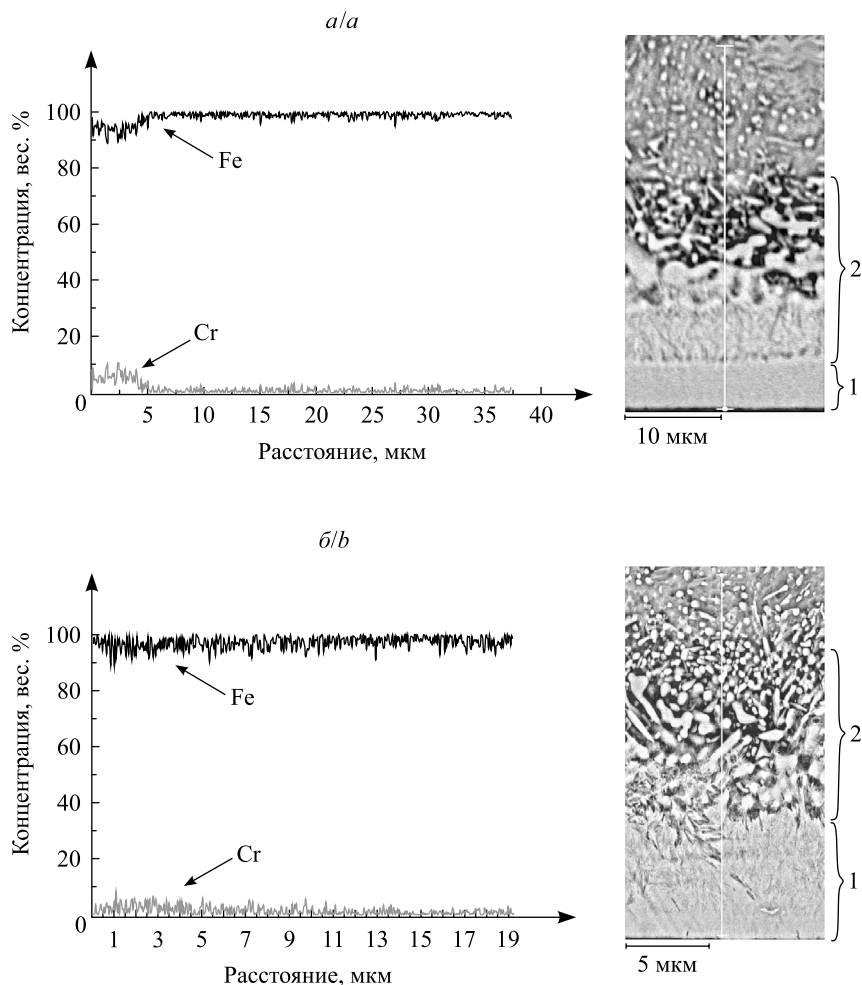


Рис. 1. Распределение характеристического рентгеновского излучения хрома и железа по линии и микроструктура поперечного шлифа образца, обработанного КПП, с плотностью поглощенной энергии 9 Дж/см² (а), 19 Дж/см² (б); 1 – переплавленная область, 2 – зона термического воздействия

Fig. 1. The distribution of characteristic X-ray radiation for Cr and Fe lines, and the cross-sectional microstructure of the sample treated with compression plasma flows at the absorbed energy density 9 J/cm² (a), 19 J/cm² (b); 1 – melted layer, 2 – heat affected zone

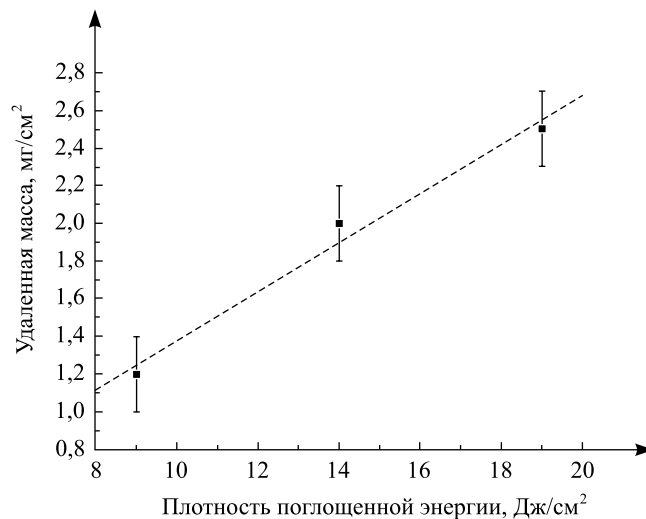


Рис. 2. Зависимость массы, удаленной с единицы площади поверхности, от плотности поглощенной энергии

Fig. 2. The weight loss per unit of area as a function of the surface absorbed energy

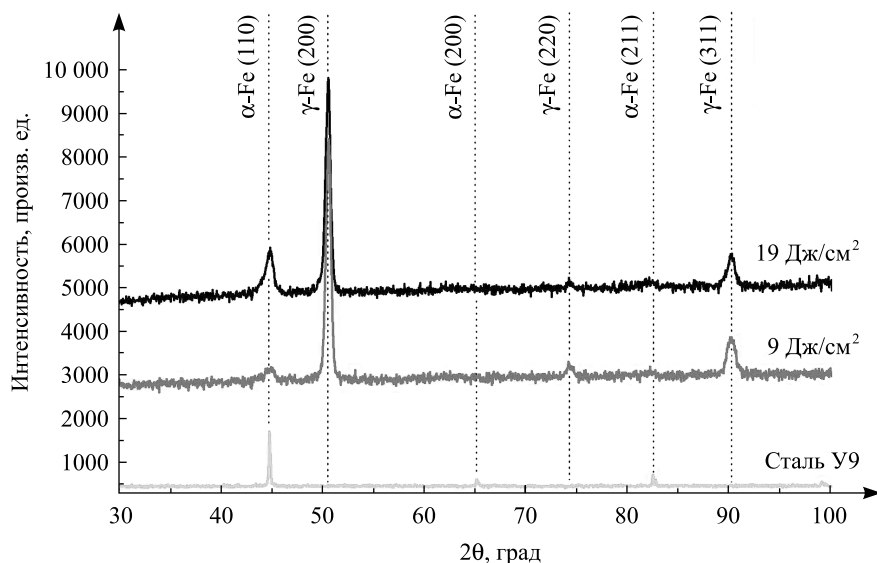


Рис. 3. Дифрактограммы исходного образца стали и образцов системы Cr – У9 после обработки КПП

Fig. 3. X-ray diffraction patterns of the initial steel sample and of the Cr – U9 system samples after the treatment with compression plasma flows

γ -Fe (200), что говорит об уменьшении объемной доли аустенита в исследуемом слое. Согласно данным работы [4] увеличение плотности поглощенной энергии приводит к уменьшению содержания азота в поверхностном слое, что обусловлено экранирующим действием ударно-сжатого слоя у поверхности образца, формирующегося при воздействии КПП. Такое поведение азота коррелирует с уменьшением концентрации γ -Fe в данном эксперименте и позволяет предположить, что основной причиной стабилизации высокотемпературной фазы является присутствие атомов азота.

Рентгеноструктурный анализ показал, что зерна γ -Fe имеют текстуру (100). Известно, что в условиях большого термического и концентрационного переохлаждения, например при лазерном воздействии, возможно формирование текстуры роста при кристаллизации из расплава. В металлах с гранцентрированной кубической (ГЦК) кристаллической структурой рост кристаллов, как правило, происходит в направлении $\langle 100 \rangle$, которое совпадает или близко ориентировано в направлении теплоотвода. Это вызвано термодинамическим условием, при котором выступающие в расплаве элементы поверхности кристаллов должны иметь максимальную скорость роста. Такое условие реализуется в ГЦК-металлах, если ось кристалла совпадает с направлением ребра куба, являющегося осью пирамиды, образованной четырьмя плотноупакованными плоскостями $\{111\}$, т. е. с направлением типа $\langle 100 \rangle$ [5; 6].

Согласно равновесной диаграмме Fe – Cr эти элементы образуют непрерывный ряд твердых растворов [7]. Таким образом, можно предположить, что хром, содержащийся в легированном слое, растворен в α -Fe и не вносит существенных изменений в дифракционную картину в связи с тем, что железо и хром имеют близкие по величине атомные радиусы.

Изменение структуры поверхностного слоя стали приводит к увеличению его микротвердости. Микротвердость поверхностного слоя стали при обработке КПП с плотностью поглощенной энергии 9 Дж/см² увеличивается до значения $5,3 \pm 0,4$ ГПа, при обработке с плотностью поглощенной энергии 19 Дж/см² возрастает до значения $5,9 \pm 0,4$ ГПа, что в 2,3 и 2,6 раза больше микротвердости исходной стали соответственно. Основной причиной упрочнения может являться диспергирование структуры в результате скоростной закалки из расплава.

Заключение

Установлено, что обработка компрессионными плазменными потоками системы Cr – сталь У9 приводит к формированию поверхностного слоя стали, легированного атомами хрома толщиной до 10 мкм. Увеличение плотности поглощенной энергии от 9 до 19 Дж/см² обуславливает уменьшение концентрации хрома в легированном слое от 6,5 до 3,2 вес. %, что связано с увеличением толщины расплава и эрозией материала покрытия при обработке.

В поверхностном слое обнаружено формирование высокотемпературной фазы аустенита (γ -Fe), объемная доля которой уменьшается с увеличением плотности поглощенной энергии. Присутствие фазы γ -Fe при комнатной температуре может быть связано с ее стабилизацией атомами азота, диффундирующими из остаточной атмосферы вакуумной камеры.

Воздействие компрессионных плазменных потоков приводит к увеличению микротвердости поверхностного слоя стали в 2,6 раза. Основной причиной упрочнения может являться диспергирование структуры в результате скоростной закалки из расплава.

Библиографические ссылки

1. Углов В. В., Черенда Н. Н., Анищик В. М. и др. Модификация материалов компрессионными плазменными потоками. Минск, 2013. С. 125–127.
2. Жукешов А. М. Состояние и перспективы исследований по модификации поверхности материалов импульсными плазменными потоками // Изв. НАН Респ. Казахстан. Сер. физ.-матем. 2006. Т. 6, № 6. С. 35–38.
3. Лейви А. Я., Черенда Н. Н., Углов В. В. и др. Влияние ударно-сжатого слоя на массоперенос при обработке компрессионными плазменными потоками // Взаимодействие излучений с твердым телом : сб. тр. XI Междунар. конф. (Минск, 23–25 сент. 2015 г.). Минск, 2015. Т. 11. С. 70–72.
4. Cherenda N. N., Shimanskii V. I., Uglov V. V., et al. Nitriding of steel and titanium surface layers under the action of compression plasma flows // J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2012. Vol. 6, issue 2. P. 319–325.
5. Вайнгард У. Введение в физику кристаллизации металлов : пер. с англ. М., 1967. С. 90–92.
6. Физическое металловедение : в 3 т. / под ред. Р. У. Кана. М., 1968. Т. 2 : Фазовые превращения. Metallographia.
7. Лякишев Н. П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. М., 1996.

References

1. Uglov V. V., Cherenda N. N., Anishchik V. M., et al. [Modification of materials by compression plasma flows]. Minsk, 2013. P. 125–127 (in Russ.).
2. Zhukeshov A. M. [Status and prospects of surface modification of materials studies by pulsed plasma flows]. *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. Ser. phys.-math.* 2006. Vol. 6, No. 6. P. 35–38 (in Russ.).
3. Leyvi A. Y., Cherenda N. N., Uglov V. V., et al. [Influence of shock-compressed layer on the mass transfer in the processing of compression plasma flows]. *Vzaimodeistvie izlucheni s tverdyim telom* : sb. tr. XI Mezhdunar. konf. (Minsk, 23–25 Sept., 2015). Minsk, 2015. Vol. 11. P. 70–72 (in Russ.).
4. Cherenda N. N., Shimanskii V. I., Uglov V. V., et al. Nitriding of steel and titanium surface layers under the action of compression plasma flows. *J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2012. Vol. 6, issue 2. P. 319–325. DOI: 10.1134/S1027451012040088.
5. Winegard W. C. [An introduction to the solidification of metals]. Moscow, 1967. P. 90–92 (in Russ.).
6. Cahn R. W. (ed.). [Physical Metallurgy]. Moscow, 1968. Vol. 2 : [Phase transformations. Metallography] (in Russ.).
7. Liakishev N. P. [Diagrams of binary metallic systems]. Moscow, 1996 (in Russ.).

Статья поступила в редколлегию 03.03.2017.
Received by editorial board 03.03.2017.