

ВЛИЯНИЕ АЗОТИРОВАНИЯ В ПЛАЗМЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОВЕРХНОСТИ СТАЛИ 40Х

А.В. Тюнков, Д.Б. Золотухин, Ю.Г. Юшков

*Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
пр. Ленина 40, Томск 634050, Россия,*

tyunkov84@mail.ru, zolotukhinden@gmail.com, yushkovyu@mail.ru

Осуществлено диффузионное насыщение поверхности стали 40Х азотом в плазме электронного пучка, формируемого источником электронов с плазменным катодом. Проведен рентгенофазовый анализ азотированных образцов. Установлено, что с увеличением температуры поверхности образцов при азотировании существенным образом меняется структурно-фазовый состав поверхностных слоев. При температурах 460 – 490 °С в рентгенограммах регистрируются пики фаз Fe_3N и Fe_4N , а также малоинтенсивные рефлексы фаз Cr_2FeN и Cr_2FeO_4 . Увеличение температуры свыше 500 °С приводит к трансформации фазового состава, объемная доля фазы Fe_4N становится доминирующей. При температуре поверхности свыше 620 °С преобладает фаза $\alpha\text{-Fe}$. Продолжительность азотирования не влияет на исчезновение или появление новых фаз, однако влияет на их объемную долю в поверхностном слое.

Ключевые слова: пучковая плазма; ионно-плазменное азотирование; сталь 40Х.

THE EFFECT OF NITRIDING IN THE ELECTRON BEAM PLASMA ON THE STRUCTURAL PHASE COMPOSITION OF THE 40X STEEL SURFACE

A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin, Yu.G. Yushkov

*Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics,
40 Lenin Ave., 634050 Tomsk, Russia,*

tyunkov84@mail.ru, zolotukhinden@gmail.com, yushkovyu@mail.ru

Diffusion saturation of the surface of steel AISI 5135 with nitrogen in the plasma of an electron beam formed by an electron source with a plasma cathode was carried out. X-ray phase analysis of nitrided samples was carried out. It has been established that with an increase in the surface temperature of the samples during nitriding, the structural-phase composition of the surface layers changes significantly. At temperatures of 460 °C – 490 °C, peaks of the Fe_3N and Fe_4N phases, as well as reflections of the low-intensity Cr_2FeN and Cr_2FeO_4 phases, are recorded in the X-ray diffraction patterns. An increase in temperature above 500 °C leads to the transformation of the phase composition, the volume fraction of the Fe_4N phase becomes dominant. At a surface temperature above 620, the $\alpha\text{-Fe}$ phase predominates. The duration of nitriding does not affect the disappearance or appearance of new phases, however, it affects their volume fraction in the surface layer. With an increase in the nitriding time from one to two hours, the volume fraction of the phase Fe_3N increases to 60%. with a further increase in the nitriding time, the volume fraction of the phase Fe_3N decreases. samples nitrided for 3 hours and 4 hours do not differ in phase composition.

Keywords: beam plasma; ion-plasma nitriding; 40X steel.

Введение

Легированная конструкционная сталь 40Х широко применяется в изготовлении высокопрочных деталей механизмов и конструкций таких как валов, осей, полуосей, и др., поскольку обладает высокими показателями твердости и выносливости. В связи с наличием хрома в составе сплава 40Х, детали, изготовленные из него, имеют высокий запас прочности и устойчи-

чивости к коррозии, рассчитаны на длительные нагрузки, выдерживают резкий перепад температур, легко подвергаются операциям резки. Однако, несмотря на характеристики указанного выше сплава стали, увеличение срока службы деталей, выполненной из нее, остается актуальной задачей.

Проблема повышения твердости, износо- и коррозионной стойкости конструкци-

онных материалов в настоящее время решается модификацией поверхностного слоя изделий за счет диффузионного насыщения поверхности азотом.

Существует множество способов осуществления азотирования: газовое, жидкостное в солевых растворах, ионно-плазменное. В результате реализации механизмов диффузии методы позволяют получать слои толщиной сотни микрон и характеристиками поверхности, в разы превышающими характеристики поверхности исходных деталей. Причем, характеристики поверхностных слоев связаны с их структурно-фазовым составом [1].

На протяжении последних десятилетий активно развивается один из методов ионно-плазменного азотирования – азотирование в плазме электронного пучка. Для генерации плазмы используется источник электронов с плазменным катодом, функционирующий в области среднего вакуума. Функционально электронно-лучевая пушка позволяет обеспечить необходимый температурный режим азотируемого изделия и генерацию плотной плазмы без использования дополнительных источников электрического смещения или нагрева [2].

Настоящая статья посвящена исследованию структурно-фазового состава стали марки 40Х, азотированной в пучковой плазме, генерируемой форвакуумным источником электронов при различных температурах и времени процесса.

Описание эксперимента

В качестве материала образцов для эксперимента использовалась конструкционная сталь 40Х, которая подвергалась процессу азотирования при различных температурах поверхности образца (с трехчасовой выдержкой) и времени (при постоянной температуре 460 °С). Образцы располагались на танталовом тигле, электрически связанным с коллектором (рис. 1). Азотирование осуществлялось в пучковой плазме, генерируемой форвакуумным источником электронов с плаз-

менным катодом. Подробная схема и принцип работы источника электронов представлены в [3]. При транспортировке электронного пучка в атмосфере азота при давлении 5 Па формировалась плотная плазма с высоким содержанием атомарного азота [2].

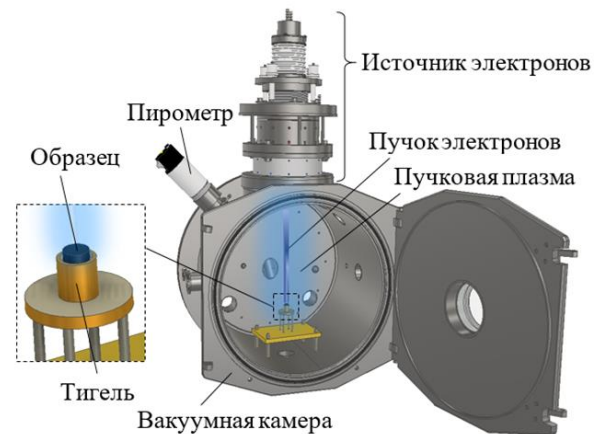


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

Электронный пучок имел следующие показатели ускоряющего напряжения и тока: 4.3 кВ и 100 мА соответственно. Пучок фокусировался на заземленном образце стали и нагревал его до необходимой температуры (460 - 620 °С). Температура образца изменялась за счет изменения диаметра пучка, а, следовательно, мощности, приносимой им на поверхность образца. Контроль температуры осуществлялся инфракрасным пирометром. Вакуум в камере обеспечивался турбомолекулярным насосом со скоростью откачки 300 л/с. Давление остаточной атмосферы составляло 0.05 Па.

Рентгенофазовый анализ (РФА) состава модифицированного слоя проводился на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 с монокроматизированным $\text{CuK}\alpha$ -излучением в геометрии прямого пучка. Анализ фазового состава проведен с использованием баз данных PDF 4+ [4], а также программы полнопрофильного анализа POWDER CELL 2.4.

Результаты и их обсуждение

Согласно данным рентгеноструктурного анализа на рентгенограммах от

исходного образца (рис. 2а) наблюдаются интенсивные линии кубической фазы α -Fe (#00-006-0696).

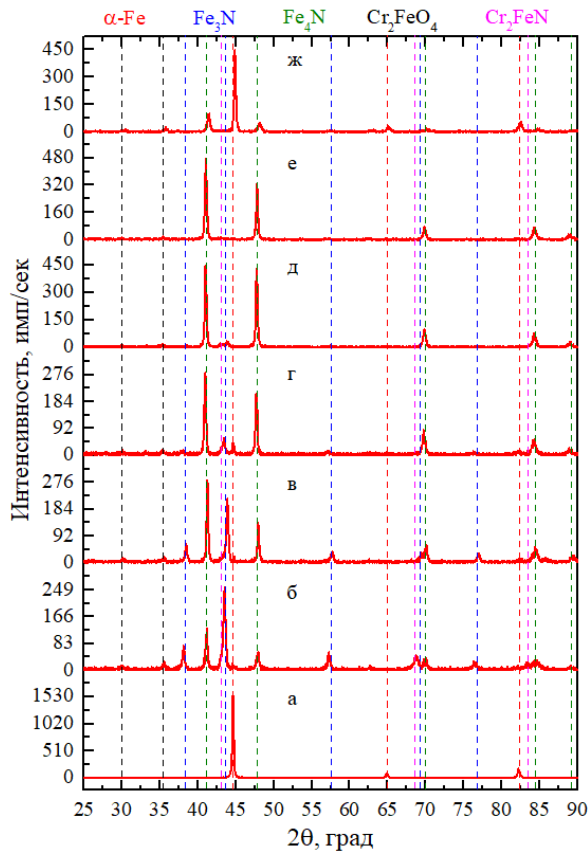


Рис. 2. Влияние температуры образца при азотировании на структурно-фазовый состав образцов: а – исходный образец; б – 460 °C; в – 490 °C; г – 520 °C; д – 550 °C; е – 580 °C; ж – 620 °C

На рентгенограммах образцов после азотирования при температуре 460 °C (рис. 2б) рефлексы от фазы α -Fe практически отсутствуют, однако присутствуют рефлексы от гексагональной Fe₃N фазы (# 04-007-2962), кубической фазы Fe₄N (# 04-006-2533) и малоинтенсивные рефлексы от гексагональной Cr₂FeN-фазы (# 04-020-7067) и кубической Cr₂FeO₄-фазы (# 04-021-2314). Можно предположить, что в результате азотирования при температуре 460 °C на поверхности образцов образуется слой, состоящий преимущественно из смеси фаз Fe₃N (~50 об.%) и Fe₄N (~40 об.%). Объемная доля гексагональной Cr₂FeN-фазы и

кубической Cr₂FeO₄-фазы при увеличении температуры азотирования вплоть до 620 °C остается незначительной и не превышает 5 об.%. При увеличении температуры азотирования от 490 °C до 520 °C (рис. 2в, г) происходит увеличение объемной доли фазы Fe₄N до ~88 об.%. Дальнейшее увеличение температуры азотирования от 550 °C до 580 °C (рис. 2д, е) приводит к тому, что в поверхностном слое наблюдаются практически рефлексы только от кубической фазы Fe₄N. При температуре азотирования 620 °C (рис. 2ж) на рентгенограммах наблюдаются преимущественно рефлексы исходной кубической фазы α -Fe, но с меньшей интенсивностью.

На рис. 3 представлена рентгенограмма образцов после азотирования с различной временной выдержкой.

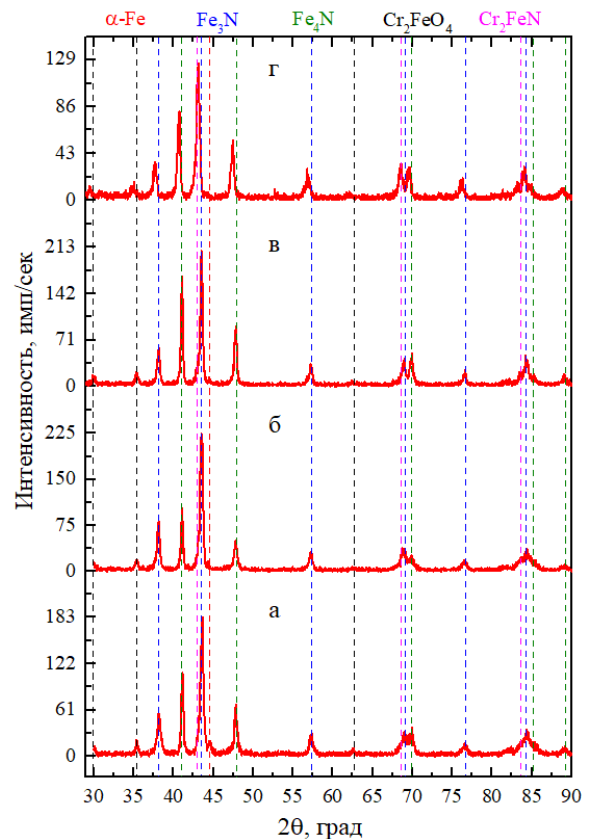


Рис. 3. Влияние продолжительности процесса азотирования на структурно-фазовый состав образцов: а – 1 ч; б – 2 ч; в – 3 ч; г – 4 ч

Согласно полученным данным в поверхностном слое всех азотированных об-

разцов присутствуют фазы, аналогичные представленным на рис. 2б. Установлено, что в образцах после азотирования в течение часа объемная доля фаз распределяется следующим образом: ~50 об.% фазы Fe_3N , ~30 об. % фазы Fe_4N , ~10 об.% фазы Cr_2FeN , Cr_2FeO_4 и менее 2 об.% фазы $\alpha\text{-Fe}$, характеризующей материал подложки. При увеличении времени азотирования до 2 ч (рис. 3б) объемная доля гексагональной фазы Fe_3N увеличивается и становится ~60 об.%, а кубическая фаза Fe_4N уменьшается до ~25 об.%. При увеличении времени азотирования наблюдается обратный эффект: в поверхностном азотированном слое наблюдается увеличение объемной доли кубическая фаза Fe_4N до 46 об.%. Дальнейшее увеличение времени азотирования не приводит к значительному изменению фаз.

Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что азотирование образцов стали марки 40Х при температурах их поверхности до 500 °С обеспечивает формирование слоев с различным фазовым составом, включающих следующие фазы: Fe_3N , Fe_4N , Cr_2FeN , Cr_2FeO_4 . Наличие гексагональной структуры Fe_3N , обладающей, как известно, высоким сопротивлением износу и коррозии, может обеспечить образцам, азотированным при данной температуре, высокие значения данных параметров.

Увеличение температуры свыше 500 °С до 600 °С обеспечивает формирование слоев, в которых кубическая фаза Fe_4N является доминирующей, при этом гексагональная Fe_3N фаза либо отсутствует, либо составляет менее 10 об.%. Этот факт

способствует уменьшению сопротивляемости износу и коррозии, но поверхностная твердость и глубина проникновения азота должны оставаться практически на одном уровне.

Увеличение температуры процесса свыше 620 °С приводит к преобладанию $\alpha\text{-Fe}$ фазы в поверхностных слоях образца, с небольшим содержанием нитридных фаз, что в свою очередь приведет к незначительному увеличению прочностных характеристик.

Увеличение времени процесса азотирования не приводит к существенным структурно-фазовым превращениям. Однако данный параметр может существенным образом повлиять на глубину проникновения азота, поскольку содержание $\alpha\text{-Fe}$ фазы образца при часовом азотировании наибольшее. При двух часах азотирования это значение уменьшается и при дальнейшем увеличении времени процесса фаза $\alpha\text{-Fe}$ не регистрируется.

Работа поддержана грантом Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках конкурса FEWM-2021-0013.

Библиографические ссылки

1. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шпис Г.И., Бёмер З. Теория и технология азотирования. Москва: Металлургия; 1991. 320 с.
2. Tyunkov A.V., Golosov D.A., Zolotukhin D.B., Nikonenko A.V., Oks E.M., Yushkov Y.G., Yakovlev E.V. Nitriding of titanium in electron beam excited plasma in medium vacuum. *Surf. Coat. Technol.* 2020; 383: 125241.
3. Burdovitsin V.A., Oks E.M. Fore-vacuum plasma-cathode electron sources. *Laser and Particle Beams* 2008; 26 (4): 619-635.
4. <https://www.icdd.com/pdf-4/>.