УДК 669.15:539.12.04:669/786

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

д-р техн. наук, доц. Н.Н. ПОПОК (Полоцкий государственный университет); д-р физ.-мат. наук В.А. КУКАРЕКО (Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск); С.В. ДЕРБУШ (Новополоцкая ТЭЦ)

Рассматривается процесс ионно-лучевой обработки инструментальных материалов. Представлена разработанная технология финишного низкоэнергетического ионно-лучевого азотирования инструментальной оснастки. Исследовались структуры и фазовый состав инструментальных сталей, обработанных концентрированными пучками ионов азота при различных режимах, а также триботехнические свойства ионно-модифицированных слоев на инструментальных сталях.

Показано, что ионно-лучевое азотирование стали X12BM при оптимальных температурах приводит к увеличению износостойкости ее поверхностных слоев (в режиме адгезионного взаимодействия) и возрастанию коэффициента трения. Для повышения стойкости, например, пробивных штампов рекомендуется понизить температуру ионно-лучевой обработки до оптимальных значений, что позволит сформировать на поверхности рабочих вставок модифицированный азотом слой повышенной твердости и сохранить при этом высокие прочностные свойства матрицы.

Введение. Конкурентоспособность изделий в значительной степени определяется прочностью и износостойкостью используемой для их изготовления технологической оснастки. Известные в настоящее время технологические способы упрочнения, в частности, инструментальной оснастки (объемная и поверхностная термообработка, лазерное упрочнение, химико-термическая обработка и т.д.) зачастую не обеспечивают требуемый уровень ее физико-механических и эксплуатационных характеристик. В связи с этим разработка новых способов упрочнения инструментальных материалов, из которых изготавливается оснастка, является весьма актуальной задачей.

Предлагаемая работа направлена на разработку технологии финишного низкоэнергетического ионно-лучевого азотирования инструментальной оснастки. Метод ионно-лучевого азотирования основан на обработке материалов пучками заряженных частиц азота с энергией ~10³ эВ и большими плотностями тока (~ 1...10 мА/см²). При ионном облучении за счет разогрева поверхностных слоев обрабатываемых деталей в них развиваются процессы радиационно-стимулированной диффузии, что обеспечивает высокую скорость и глубину насыщения материалов ионами азота при относительно низких температурах обработки (не превышающих 770 К). Высокие концентрации азота в поверхностных слоях облучаемых материалов, достигаемые в процессе ионной обработки, приводят к радикальным трансформациям их фазового и структурного состояния. В частности, на поверхности обработанных концентрированными потоками ионов азота материалов обнаружено формирование наноразмерных аморфизированных слоев, а в подповерхностных модифицированных слоях зарегистрировано образование новых высокопрочных фаз и полей сжимающих напряжений [1 – 3]. Указанные структурно-фазовые особенности ионномодифицированных азотом поверхностей придают им высокие прочностные характеристики и сопротивление изнашиванию [4]. Так, в случае ионной обработки инструментальной стали 40Х13 уровень твердости ее поверхностного слоя возрастает в 2...3 раза, а сопротивление адгезионному изнашиванию увеличивается примерно в 10 раз. Кроме этого, метод ионно-лучевого азотирования не требует операций шлифования и доводки, уменьшает шероховатость поверхности, не изменяет геометрические размеры детали и не вызывает существенное разупрочнение подповерхностных слоев. В частности, уровень твердости закаленных высоколегированных инструментальных сталей (типа 40Х13) после ионной обработки сохраняется на уровне 50 HRC₂ [4], что допускает многократное проведение ионно-лучевого упрочнения изделий, изготовленных из таких сталей, без промежуточных операций термических обработок. К немаловажному преимуществу ионно-лучевого азотирования относится то, что оно реализуется на относительно недорогостоящем, экологически чистом оборудовании, которое может быть изготовлено в Беларуси.

Вместе с тем специфические особенности эксплуатации инструментальной оснастки и высокие контактные нагрузки, действующие на ее поверхностные слои, предъявляют повышенные требования к свойствам переходной зоны покрытий с градиентной структурой. В связи с этим для отработки режимов ионно-лучевой обработки азотом различных типов инструментальных сталей требуется проведение широкого комплекса исследовательских работ и осуществление испытаний на износостойкость в условиях жесткого адгезионного взаимодействия.

Методика эксперимента. Исследования проводились в соответствии с общепринятыми методиками [5 – 7] на цилиндрических образцах, изготовленных из прокатанных прутков промышленной стали X12BM (диаметр 10, высота 6 мм) и стали X12M (диаметр 20, высота 6 мм), которые относятся к инструментальным полутеплостойким сталям высокой износостойкости. Химический состав исследуемых сталей приведен в таблице 1.

Таблица 1

Марка стали	Концентрация элементов, масс. %								
	Fe	С	Cr	Mo	W	V	Ni	Mn	Si
X12BM	Основа	2,05	11,90	0,75	0,68	0,25	0,28	0,26	0,15
X12M	Основа	1,60	11,50	0,58	-	0,20	0,22	0,30	0,18

Химический состав исследуемых сталей

Предварительная обработка сталей включала в себя закалку от температуры 1300 К (масло) и отпуск при температуре 700...800 К в течение 1,5 ч.

Сталь X12М исследовалась в состоянии поставки (отжиг). Ионно-лучевая обработка образцов осуществлялась на ускорителе ионов, оснащенном ионным источником с замкнутым дрейфом электронов. В качестве легирующего элемента использовался азот. Пучок содержал около 70 % ионов молекулярного азота и 30 % ионов атомарного азота.

Имплантация образцов стали X12BM проводилась в течение 120 минут при энергии ионов 3 кэВ и плотности ионного тока 2 мА/см², что обеспечивало флюенс легирования ~3,0·10¹⁹. Сталь X12M обрабатывалась в течение 160 минут при энергии ионов 3 кэВ и плотности ионного тока ≈1,0 мА/см.

Температура образцов в процессе ионно-лучевой обработки контролировалась с помощью термопары, прикрепленной с обратной стороны от рабочей поверхности образца, и варьировалась в диапазоне 620...770 К.

Рентгеноструктурные исследования поверхностных слоев проводились на дифрактометре ДРОН-2,0 в монохроматизированном $Cu_{k\alpha}$ - и $Co_{k\alpha}$ -излучениях с фокусировкой по схеме Брэгга – Брентано. Ускоряющее напряжение на трубке составляло 34 кВ, а анодный ток – 10 мА. Запись дифрактограмм осуществлялась в режиме сканирования с фиксированным временем счета, равным 40 с, на точку и шагом сканирования 0,1°. Рентгенофазовый анализ осуществлялся на основании данных картотеки PDF (ASTM).

Твердость образцов определялась по методу Виккерса на твердомере ТП при нагрузке 300 Н. Микротвердость модифицированных слоев измерялась при нагрузках 0,19 и 0,98 Н. Время действия нагрузки на индентор при измерении микротвердости составляло 10 с, значения определялись как средние по результатам 10 измерений.

Триботехнические испытания проводились на лабораторном трибометре АТВП, оснащенном специально разработанным устройством для измерения коэффициента трения. Сравнительные испытания антифрикционных свойств образцов сталей X12M и X12BM в исходном состоянии и после ионнолучевой обработки осуществлялись в режиме сухого трения. Давление испытаний составляло 2 МПа. Испытания проводились с использованием контртела ($2 \times 40 \times 90$ мм), изготовленного из закаленной стали V8 ($HV_{30} = 8000$ МПа). Рабочая поверхность стального контртела подвергалась шлифованию с последующим полированием на тонкой абразивной бумаге с зернистостью М40. Перед испытаниями рабочие поверхности контактирующих тел обезжиривались спиртом и ацетоном и высушивались. Величину износа цилиндрических образцов определяли по потере веса при испытаниях. Испытания проводились до достижения 10000...15000 циклов с периодическими взвешиваниями. Путь трения составлял 900 м. Значения накопленного весового износа пересчитывались в линейный износ по формуле:

$$I_h = \frac{Q \cdot 10^4}{S\gamma},$$

где I_h – линейный износ, мкм; Q – весовой износ, г; S – площадь поверхности трения, см²; γ – плотность образца, г/см³.

Интенсивность линейного изнашивания *I_h* определялась отношением величины линейного износа к длине пути, на котором произошло изнашивание.

Исследование структуры и фазового состава инструментальных сталей, обработанных концентрированными пучками ионов азота при различных режимах. Результаты исследований рассмотрим на примере стали X12BM, которая в исходном термообработанном состоянии (закалка и отпуск)

№ 3

имеет размер аустенитного зерна ~ 30...40 мкм. Твердость стали HV = 5900 МПа. Фазовый состав: α -Fe (мартенсит отпуска) и частицы карбида M₇C₃ (типа Cr₇C₃) с гексагональной решеткой (пространственная группа P3 1c; $\alpha = 1,3980$ нм; c = 0,4523 нм; $c/\alpha = 0,3235$), а также железомолибденовый карбид (Fe,Mo)₃C (п.г. P222₁ с параметрами решетки: $\alpha = 1,627$ нм; b = 1,003 нм; c = 1,132 нм).

Результаты измерения твердости (HV) и микротвердости ($H_{0,19}$) стали X12BM после различных режимов ионной обработки представлены в таблице 2. Определение HV проводилось на неимплантированной поверхности образцов и характеризовало изменение твердости стали в процессе высокотемпературного воздействия при ионном легировании. С помощью измерения $H_{0,19}$ оценивалось упрочнение имплантированных ионами азота поверхностных слоев стали.

Таблица 2

	•	2	, . .				
Сталь Х12ВМ							
	Исходное состояние	Режим обработки					
Измеряемая		температура ионно-лучевой обработки, К					
ларактеристика		620	670	720	770		
Микротвердость поверхности H _{0,19} , МПа	6100	960010000	1600016500	1400015000	1050011000		
Твердость стали HV, МПа	5950	5800	5700	5300	4900		

Твердость HV и микротвердость $H_{0,19}$ термообработанной стали X12BM до и после обработки ионами азота ($j \approx 2 \text{ мA·cm}^{-2}$) при различных температурах

Как можно видеть из данных таблицы 2, при температуре ионного легирования 620...770 К твердость стали несколько снижается. Уменьшение твердости матричной стали при обработке ионами азота



Рис. 1. Распределение микротвердости по глубине модифицированных ионами азота слоев в стали X12BM

может быть связано с коагуляцией карбидов и релаксацией мартенситной структуры. На рисунке 1 приведен график распределения микротвердости по глубине модифицированного азотом слоя.

Имплантация ионов азота при 670 К приводит к увеличению глубины модифицированного слоя примерно до 10...15 мкм. Микротвердость слоя существенно возрастает и достигает уровня 16000 МПа. В слое регистрируется карбонитрид $Fe_3(C, N)$ и нитридные фазы ϵ - $Fe_{2-3}N$ и α "- Fe_8N (см. рис. 1). Интенсивность дифракционных линий от частиц карбида хрома сильно снижается, что свидетельствует о растворении карбида в процессе ионно-лучевой обработки при 670 К.

В результате обработки стали при 720 К

глубина модифицированного азотом поверхностного слоя возрастает до 15...20 мкм. Микротвердость слоя составляет 14000...15000 МПа. В слое уменьшается содержание высокоазотистой фазы ε-Fe₂₋₃N и обнаруживается присутствие частиц нитридных фаз γ'-Fe₄N и CrN (см. рис. 1). Частицы карбидных фаз в имплантированном азотом при 720 К слое отсутствуют. Кроме этого на рентгеновской дифракционной картине появляются линии, принадлежащие α-Fe, что указывает на процессы распада высокоазотистого ε-нитрида.

Высокотемпературная обработка концентрированными потоками ионов азота стали X12BM при 770 К приводит к образованию модифицированного слоя глубиной 30...35 мкм с микротвердостью, равной 10000...11000 МПа. Основными фазами, присутствующими в азотированном слое, являются высокопрочный, термостабильный нитрид хрома CrN и α-Fe. Узкий профиль дифракционных линий матричной α-фазы и малое значение периода ее кристаллической решетки (α = 0,2878 нм) свидетельствуют о глубоком распаде азотистого мартенсита в процессе ионно-лучевой обработки при 770 К.

Ионная имплантация N⁺ при 620 К вызывает образование азотированных слоев глубиной до 5...10 мкм и микротвердостью $H_{0,19} = 9600...10000$ МПа. Основными фазами, содержащимися в поверхностных слоях, являются карбидные фазы (Fe, Mo)₃C, Cr₇C₃, азотистый мартенсит s-Fe₂₋₃N (рис. 2). Дифракционные линии от матричной α -фазы размыты и смещены в сторону малых углов рассеяния, что свидетельствует о насыщении мартенсита азотом.



Рис. 2. Фрагменты рентгеновских дифрактограмм ($Co_{k\alpha}$) от поверхностных слоев стали X12BM, обработанной на различных режимах: а – исходное состояние (отпуск); б – имплантация N^+ при 680 К; в – то же при 700 К; г – то же при 740 К

Исследование триботехнических свойств ионно-модифицированных слоев на инструментальных сталях. Триботехнические испытания проводились для предварительно закаленных и отпущенных инструментальных сталей, подвергнутых ионно-лучевой обработке азотом при различных температурах.

На рисунке 3 приведены зависимости линейного износа обработанной на различных режимах стали X12BM от продолжительности испытаний в условиях трения без смазки по закаленной стали У8.



Рис. 3. Зависимость линейного износа от пути трения стали X12BM, прошедшей обработку на различных режимах: 1 -исходное состояние (закалка + отпуск); 2 -имплантация N⁺ при 620 К (j = 2 мА·см⁻²); 3 - то же при 670 К; 4 - при 720 К; 5 - при 770 К

Можно видеть, что в исходном, неимплантированном, состоянии сталь характеризуется сравнительно невысокой износостойкостью. Интенсивность линейного износа составляет $1,47 \cdot 10^{-2}$ мкм/м ($\approx 1,5 \cdot 10^{-8}$).

Коэффициент трения стали (f) находится на уровне 0,9...1,0 (табл. 3). Ионно-лучевая имплантация стали при 620 К приводит к некоторому снижению износа стали X12BM на начальных стадиях испытаний. Однако на более поздних стадиях испытаний ($l \ge 300$ м) интенсивность изнашивания существенно возрастает и выходит на уровень $I_h \cong 1,5 \cdot 10^{-8}$ ($I_h = 1,49 \cdot 10^{-2}$ мкм/м).

Таблица 3

Режим обработки	Интенсивность износа <i>I_h</i> , мкм/м	Коэффициент трения f		
Закалка + отпуск	$1,47 \cdot 10^{-2}$	0,80,9		
Имплантация N ⁺ 620 К	$1,49 \cdot 10^{-2}$	0,81,0		
Имплантация N ⁺ 670 К	0,80.10 ⁻²	1,01,2		
Имплантация N ⁺ 720 К	0,21.10 ⁻²	1,11,2		
Имплантация N ⁺ 770 К	$0,10 \cdot 10^{-2}$	0,91,1		

Значения интенсивности линейного износа *I_h* и коэффициента трения *f* стали X12BM после различных режимов обработки

Повышение I_h вызвано износом упрочненного слоя и выходом на поверхность трения неимплантированных слоев подложки. Увеличение температуры обработки до 670...720 К приводит к резкому возрастанию износостойкости модифицированного слоя (рис. 4), что связано с увеличением его толщины. Коэффициент трения при этом выходит на уровень максимальных значений: f = 1,0...1,2. Наиболее высокие триботехнические свойства стали достигаются после ионной обработки при 770 К (см. рис. 4 и табл. 3). Значения коэффициента трения при этом несколько снижаются – до f = 0,9...1,1 (см. рис. 4).

Интенсивность износа поверхностного слоя стали после обработки при 770 К уменьшается примерно в 15 раз по сравнению с исходным, неимплантированным, состоянием. Вместе с тем при температуре обработки 770 К регистрируется сильное разупрочнение подложки, что может снижать стойкость штамповой оснастки.



Рис. 4. Зависимость коэффициента трения имплантированной ионами азота при 770 К стали X12BM (*j* = 2 мА·см²) от пути трения (трение без смазки; *p* = 2 МПа; контртело – закаленная сталь У8).

На рисунке 5 представлены зависимости линейного износа h от пути трения l для стали XI2M, имплантированной азотом с пониженной плотностью тока ионного пучка ($j = 1 \text{ мA·cm}^2$) при 680...740 К. В таблице 4 приведены триботехнические характеристики стали, обработанной по различным режимам.

В исходном состоянии сталь XI2M имеет интенсивность износа $I_h = 1,4 \cdot 10^{-2}$ мкм/м (1,4 $\cdot 10^{-8}$), близкую к значениям I_h для закаленной и отпущенной стали X12BM (см. табл. 4). Некоторое увеличение интенсивности износа стали X12M, имплантированной азотом при 680 К, связано с быстрым износом модифицированного слоя и выходом на поверхность трения подложки, имеющей несколько пониженную твердость по сравнению с исходным, необработанным, состоянием.



Рис. 5. Зависимость линейного износа от пути трения стали X12M, прошедшей обработку на различных режимах: 1 – исходное состояние (закалка + отпуск); 2 – имплантация N^+ при 680 К (*j* = 1 мА·см); 3 – то же при 720 К; 4 – при 740 К

Увеличение температуры ионно-лучевой обработки до 720 и 740 К приводит к существенному возрастанию износостойкости поверхностных слоев стали (см. рис. 5, табл. 4) и увеличению ее коэффициента трения. В частности, интенсивность изнашивания обработанной при 740 К стали уменьшается примерно в 4 раза по сравнению с исходным состоянием. Сопоставляя данные по триботехническим

свойствам имплантированных сталей X12M и X12BM, можно констатировать, что обработка штамповой стали при пониженной плотности ионного тока ($j = 1 \text{ мA·cm}^{-2}$) приводит к некоторому снижению износостойкости модифицированного слоя по сравнению со случаем обработки, проведенной при $j = 2 \text{ мA·cm}^{-2}$. Несколько пониженная износостойкость имплантированной при 720...740 К стали X12M, по нашему мнению, связана с выделением в поверхностных слоях стали карбонитридной фазы Fe₃(C, N) вследствие относительно более низкой концентрации азота в поверхностных слоях имплантированной стали.

Таблица 4

Значения интенсивности линейного износа I_h и коэффициента трения f стали X12M после различных режимов обработки

Режим обработки	Интенсивность износа <i>I_h</i> , мкм/м	Коэффициент трения f
Закалка + отпуск	$1,40 \cdot 10^{-2}$	0,80,9
Имплантация N ⁺ 680 К	$1,47 \cdot 10^{-2}$	0,81,0
Имплантация N ⁺ 720 К	0,83.10-2	1,01,1
Имплантация N ⁺ 740 К	$0,35 \cdot 10^{-2}$	1,01,1

Заключение

1. Ионно-лучевая имплантация N⁺ стали X12BM при 620...770 К с плотностью тока j = 2 мА·см⁻² вызывает образование азотированных слоев глубиной от 5...10 до 30...35 мкм и микротвердостью H_µ от 9500...10000 до 14000...16000 МПа. Основными фазами, содержащимися в поверхностных слоях при низких температурах обработки (620...670 К), являются карбидные фазы Fe₃C, Cr₇C₃, азотистый мартенсит ϵ -Fe₃N. При 720...770 К в поверхностном слое стали образуются нитридные фазы γ 'Fe₄N и CrN. Ионно-лучевое азотирование стали X12BM при 720...770 К приводит к увеличению износостойкости ее поверхностных слоев (в режиме адгезионного взаимодействия) от 7 до 15 раз и возрастанию коэффициента трения.

2. Обработка стали XI2M ионами азота с пониженной плотностью ионного тока $j = 1 \text{ мA} \cdot \text{сm}^{-2}$ при 670...740 К приводит к формированию модифицированного слоя толщиной от 10 до 30 мкм и с микротвердостью от 9500 до 11500 МПа. Фазовый состав имплантированных слоев включает в себя Fe₃(C, N), ϵ -Fe₂₋₃N, γ '-Fe₄ N и CrN. Ионно-лучевое азотирование стали X12M при 720...740 К с пониженной плотностью тока ионного пучка вызывает увеличение коэффициента трения, а также износостойкости поверхностных слоев стали примерно в 2...4 раза.

3. Для повышения стойкости, например, пробивных штампов рекомендуется понизить температуру ионно-лучевой обработки до оптимальных значений, что позволит сформировать на поверхности рабочих вставок модифицированный азотом слой повышенной твердости и сохранить при этом высокие прочностные свойства матрицы.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Ионно-лучевая обработка металлов, сплавов и керамических материалов / А.В. Белый [и др.]. Минск: Изд-во Физико-технического института НАН Беларуси, 1998. 218 с.
- Фазовые и структурные превращения в материалах на основе железа, подвергнутых низкоэнергетичекой имплантации азотом при высоких плотностях тока / А.В. Белый [и др.] // ФММ. 1995. Т. 80, Вып. 6. С. 82 95.
- 3. Wilbur, P.J. Engineering Tribological Surfaces by Ion Implantation / P.J. Wilbur, B.W. Buchholtz // Surface and Coatings Technology. 1996. V. 79. P. 1 8.
- 4. Белый, А.В. Триботехнические характеристики мартенситных коррозионно-стойких сталей, подвергнутых ионно-лучевой обработке азотом / А.В. Белый, В.А. Кукареко, И.В. Бояренко // Трение и износ. – 1999. – Т. 20, № 4. – С. 378 – 387.
- 5. Химико-термическая обработка инструментальных материалов / Е.И. Вельский [и др.]. Минск: Наука и техника, 1986. 248 с.
- 6. Беккерт, М. Способы металлографического травления: справочник / М. Беккерт, Х. Клемм. М.: Металлургия, 1988. 400 с.
- 7. Геллер, Ю.А. Инструментальные стали / Ю.А. Геллер. М.: Металлургия, 1983. 528 с.

Поступила 14.01.2008