Азотирование стали 40Х в плазме несамостоятельного дугового разряда с накалимым катодом при импульсном ионном воздействии

Н.Н. Коваль¹, И.В. Лопатин¹, О.В. Крысина¹, Ю.Х. Ахмадеев¹, Д.Ю. Игнатов¹, А.И. Рябчиков², Д.О. Сивин²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Россия, 634055, Томск, e-mail: ahmadeev@opee.hcei.tsc.ru

DOI 10.31554/978-5-7925-0524-7-2018-122-125

Представлены результаты азотирования стали 40Х. Генерация плазмы осуществлялась с помощью источника плазмы на основе несамостоятельного дугового разряда с накалимым и полым катодами. Исследовано влияние температуры образцов на характеристики ионно-модифицированного слоя. Температура образцов выбиралась в пределах от 450 °С до 650 °С путем изменения коэффициента заполнения импульса смещения и средней плотности ионного тока. Показано, что микротвердость стали после азотирования увеличивается практически в 2 раза (с 3.6 ГПа до 7.1 ГПа) с формированием модифицированного слоя глубиной до 200 мкм за 1 час.

Введение

Модификация поверхности является широко распространенным подходом к решению проблем повышения твердости, износо- и коррозионной стойкости материалов и изделий [1-4]. Такая модификация принципиально возможна двумя методами: нанесением покрытия на обрабатываемые поверхности, либо формированием в приповерхностной области изделия слоев с требуемыми характеристиками. Возможна также комбинация этих методов. Первый метод подразумевает наличие границы раздела между нанесенным покрытием и обрабатываемой поверхностью, что предполагает решение проблемы адгезии покрытия к подложке [5-6]. При использовании второго метода проблема адгезии как правило не стоит. Модифицирование приповерхностных слоев может проходить как без изменения элементного состава, например, за счет термического либо кинетического воздействия, так и с изменением такового. В этом случае реализуются механизмы диффузии либо имплантации модифицирующих ионов и атомов. Классическая ионная имплантация, ввиду малости проективного пробега ионов, применима в случаях, когда не стоит задача получить модифицированный слой толщиной более единиц микрон [7].

Диффузионное насыщение, в свою очередь, позволяет получать слои толщиной сотни микрон [8].

В настоящее время широкое распространение получили системы импульсного электропитания разрядов вследствие возможности независимого изменения основных выходных параметров источников питания в широком диапазоне. Применение импульсно-периодических потенциалов смещения расширяет возможности азотирования для получения модифицированных слоев с увеличенной концентрацией азота и развитой диффузионной зоной [9].

Данная статья посвящена исследованию закономерностей азотирования с использованием плазмы несамостоятельного дугового разряда с накалимым и полым катодами.

Описание экспериментальной установки и методов исследования

Эксперименты по исследованию влияния температуры образцов на характеристики ионно-модифицированного слоя проводились на автоматизированной вакуумной установке «КОМПЛЕКС» (рис. 1) [10].

Рис. 1. Автоматизированная вакуумная установка «КОМПЛЕКС»

При проведении экспериментов для формирования плазмы азота был использован генератор плазмы на основе комбинированного накаливаемого и полого катодов «ПИНК» [11]. Электрическое питание генератора плазмы осуществляется от блока питания накала, обеспечивающего переменный ток до 200 А с частотой 2 кГц при напряжении до 12 В, а также блока питания разряда обеспечивающего ток до 200 А при напряжении холостого хода 75 В.

Обрабатываемые образцы в виде шайб из стали 40Х с размерами $\varnothing 20 \times 5$ мм закреплялись в вакуумной камере на специальном держателе (рис. 2) с возможностью закрепления хромель-алюмелевой термопары. После зажигания разряда на держатель подавалось импульсное отрицательное напряжение электрического смещения амплитудой 990 В с частотой 50 кГц. Коэффициент заполнения прямоугольного импульса и, соответственно, ток источника смещения устанавливались такими, чтобы нагрев образца от комнатной до заданной температуры осуществлялся за 15 минут. За это время помимо нагрева производилась очистка и активация поверхности образца. Особенностью используемого в экспериментах источника питания является формирование заднего фронта импульса напряжения, что позволяет получать импульсы ионного тока с длительностью заднего фронта тока практически не зависящей от его амплитудного значения. При достижении образцом заданной температуры, в зависимости от требуемой температуры процесса, устанавливался коэффициент

заполнения импульса в диапазоне от 14 % до 85 %. Далее образцы подвергались азотированию при заданных параметрах в течение 1 часа.

Рис. 2. Схема эксперимента

Измерение твердости на поверхности образцов и на поперечных шлифах производилось на приборе PMT-3М и на нанотвердомере «CSM NanoHardness Tester NHT-S-AX-000X». Трибологические исследования проводились на трибометре «TRIBOtechnic Pin on disk and oscillating TRIBOtester», а также оптическом бесконтактном трехмерном профилометре «STIL Micromeasure 3D Station». Исследование морфологии поверхности, структуры и элементного состава по глубине производился с помощью растрового электронного микроскопа «Hitachi S-3400 N» с энергодисперсионной приставкой «Bruker XFlash 4010».

Результаты экспериментов

Температура обрабатываемых образцов, при использовании данной схемы азотирования устанавливалась исключительно изменением электрических параметров напряжения отрицательного смещения, а именно амплитудой напряжения U_b , и средним током I_{av} . При постоянном напряжении электрического смещения средний ток определяется плотностью ионного тока насыщения, для изменения которого необходимо варьировать ток разряда. Однако при использовании импульсного напряжения электрического смещения с регулируемым коэффициентом

заполнения появляется возможность изменять I_{av} изменяя длительность импульса. Исходя из этого образцы были обработаны при четырех различных температурах (таблица 1).

Табл. 1. -Режимы обработки образцов.

Номер образца	Температура, °C	Коэффициент заполнения, %	Средняя плотность ионного тока j_{av} , мА/см ²
1	450	14	0.8
2	500	28	1.6
3	580	56	3.2
4	650	85	5.2

На рис. 3 приведены характерные SEM-изображения поверхности и поперечного шлифа стального образца после азотирования. Как видно из рисунка 3а, поверхность имеет характерный рельеф в результате ионного травления. Шероховатость поверхности приведена в таблице 2. Рост шероховатости хорошо коррелирует с ростом коэффициента заполнения импульса смещения и, соответственно, ростом среднего ионного тока.

Рис. 3. Характерные SEM-изображения поверхности – а) и поперечного шлифа стального образца (№2) после азотирования – б).

Анализ поперечных шлифов показывает, что во всех случаях характерный вид модифицированного слоя имеет одинаковую

структуру: вблизи поверхности тонкий (до 20 μm) слой нитрида железа Fe_4N (рис. 3б), называемый γ' – фаза, а далее протяженный слой твердого раствора азота в железе, определяемый по изменению микротвердости и элементному составу.

Табл. 2. - Результаты измерения шероховатости и коэффициента трения.

Номер образца	Шероховатость R_a , мкм	Шероховатость R_z , мкм	Коэффициент трения μ
Исходный	0.04	0.2	0.45
1	0.14	1.0	0.53
2	0.15	1.2	0.39
3	0.25	1.9	0.42
4	0.2	1.6	0.40

Из распределений твердости по глубине, полученных методом наноиндентации (рис. 4) видно, что образцы, после азотирования при температурах 450 и 500°C, имеют протяженный модифицированный слой толщиной около 150 мкм. Для образцов, обработанных при температуре выше 500°C, наблюдаются колебания значений твердости по глубине, но они не превышают исходного значения твердости для стали 40Х, т.е. 3.6 ГПа. Максимальной микротвердостью 7.1 ГПа на поверхности обладает образец, обработанный по режиму 2 (табл. 1). При этом коэффициент трения на данном образце минимальный и составил $\mu=0.39$.

Рис. 4. Распределение твердости по глубине

Анализ распределения микротвердости по глубине образцов показал, что образцы № 3 и 4 имеют пониженную твердость относительно исходного не только вблизи поверхности, но и на глубине более (150 –

200) μm , что свидетельствует об отпуске стали.

Заключение

Были проведены эксперименты по азотированию образцов из стали 40Х с использованием плазмы несамостоятельного дугового разряда с накалимым катодом в атмосфере чистого азота. Показано, что температура образцов в процессе азотирования может задаваться изменением коэффициента заполнения импульсов напряжения смещения без изменения их амплитуды и тока разряда.

Исследование обработанных образцов показало, что основным фактором, определяющим эффективность насыщения азотом, является температура, при этом на форму профиля распределения микротвердости по глубине могут оказывать влияние энергия ионов, приходящих на поверхность и временные характеристики импульсного ионного воздействия, определяющие величину температурного градиента вблизи обрабатываемой поверхности.

Шероховатость обработанной поверхности удовлетворительно совпадает с интенсивностью ионного воздействия, при этом цвет получаемой поверхности определяется не только наличием нитридов железа и легирующих элементов, но и эффективностью ее ионной очистки от углерода, диффундирующего из материала образца.

Работа поддержана грантом Российского научного фонда (проект №14-29-00091). Исследования триботехнических и прочностных характеристик образцов проводились за счет гранта Российского научного фонда №17-19-01169.

Литература

- [1] Y. Hoshiyama, R. Mizobata, H. Miyake // Surf. Coat. Technol. 307 (2016) 1041–1044.
- [2] R.I.M. Asri, W.S.W. Harun, M. Samykano, N.A.C. Lah, S.A.C. Ghani, et al. // Materials Science and Engineering C 77 (2017) 1261–1274.
- [3] G.-Y. Yang, H. Peng, H.-B. Guo, S.-K. Gong // Rare Met. 36(8) (2017) 651–658.
- [4] Y. Chi, G. Gu, H. Yu, C. Chen // Optics and Lasers in Engineering 100 (2018) 23–37.

[5] Yu.F. Ivanov, N.N. Koval, O.V. Krysina, T. Baumbach, S. Doyle, T. Slobodsky, N.A. Timchenko, R.M. Galimov, A.N. Shmakov // Surf. Coat. Technol. 207 (2012) 430–434.

[6] H. Kovacı, Ö. Baran, Ö. Bayrak, A.F. Yetim, A. Çelik // Journal of Adhesion Science and Technology, 31(18) 2017 2015–2027.

[7] J. Zhang, S. Peng, A. Zhang, J. Wen, T. Zhang, Y. Xu, et al. // Surf. Coat. Technol. 305 (2016) 132–138.

[8] L.G. Vintizenko, S.V. Grigoriev, N.N. Koval, V.S. Tolkachev, I.V. Lopatin, P.M. Schanin // Russian Physics Journal, 44(9) (2001) 927–936.

[9] Yu.H. Akhmedeev, V.V. Denisov, N.N. Koval, S.S. Kovalsky, I.V. Lopatin, P.M. Schanin, V.V. Yakovlev // Plasma Physics Reports 43(1) (2017) 67–74.

[10] V.N. Devyatkov, Yu. F. Ivanov, O.V. Krysina, N.N. Koval, E.A. Petrikova, V.V. Shugurov // Vacuum 143 (2017) 464–472.

[11] I.V. Lopatin, Yu.H. Akhmedeev, N.N. Koval // Rev. Sci. Instrum. 86(10) (2015) 103301(1-8).