

**ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО
СОСТАВА ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ИОННО-АЗОТИРОВАННОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ**

В.А. Москвина¹, Г.Г. Майер², Е.В. Мельников²

Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

**ELECTRON MICROSCOPIC ANALYSIS OF STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF
SURFACE LAYER AUSTENITIC STEEL AFTER ION NITRIDING**

V.A. Moskvina¹, G.G. Maier², E.V. Melnikov²

Scientific Supervisor: assistant professor, doctor of sciences (Phys & Math) E.G. Astafurova²

¹National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

²Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskyy pr. 2/4, 634055

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

Abstract. *Structure and phase composition of surface layer of ion-nitrided austenitic stainless were investigated. Nitriding causes a surface hardening of steel specimens, changes phase composition, microstructure and formation of an inhomogeneous composite layer consisting of nitrided layer (22 – 27 μm), diffusion zone with a solid solution hardening and nitrides ($\approx 40 \mu\text{m}$) and an austenitic matrix.*

Введение. Азот в малых количествах всегда присутствует в сталях, в частности, содержание этого элемента может зависеть от способа выплавки и химического состава. Специальное введение азота в стали аустенитного класса способствует ряду структурно-фазовых изменений – образованию нитридов легирующих элементов (Ti, Cr и др.) вследствие высокого сродства азота с этими элементами – и к повышению износостойкости и твердости стали [1,2]. Однако за этим следует обеднение твердого раствора по хрому, и как следствие, снижение ее коррозионной стойкости, а также нежелательное образование $\alpha\text{-Fe}$ в стабильных сталях. Значительно повысить функциональные свойства аустенитной стали, возможно, благодаря сочетанию термомеханической обработки и низкотемпературного ионного азотирования [1,2]. Данная работа направлена на исследование изменения структуры и фазового состава поверхностного слоя аустенитной стали 01X17H13M3, подвергнутой прокатке, после низкотемпературного ионного азотирования.

Материалы и методы исследования. В качестве объекта исследования была выбрана стабильная аустенитная сталь Fe-17Cr-13Ni-1,7Mn-2,7Mo-0,5Si-0,01C мас.% (01X17H13M3). Закаленные заготовки подвергали плоской прокатке при комнатной температуре до степени осадки 80%. Это обеспечило формирование в стали высоконеравновесной субмикроструктурной (СМК) структуры со средним размером элементов 220 ± 50 нм и высокой плотностью дислокаций $5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (рис. 1). Согласно рентгеноструктурному анализу после прокатки сталь имела аустенитную структуру, с параметром

решетки 0,36 нм. Низкотемпературное ионное азотирование образцов с СМК структурой проводили при температуре 540°C (12 ч.) и давлении рабочего газа $P=300$ Па.

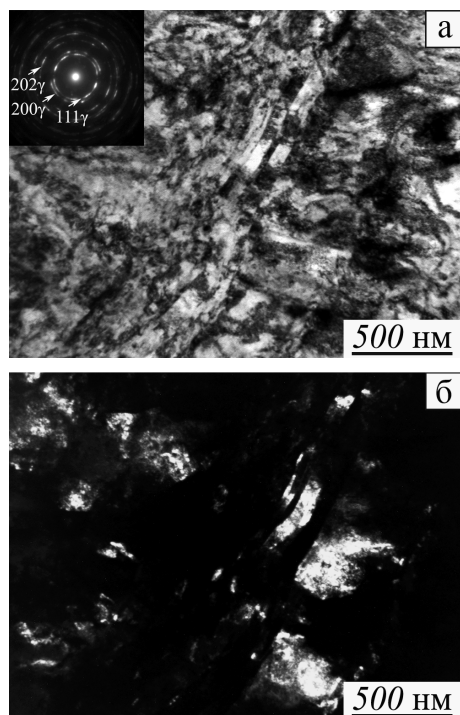


Рис. 1. Электронно-микроскопические светлопольное (а) и темнопольное (б) изображения структуры стали 01Х17Н13М3 после прокатки. Темнопольное изображение к (а) получено в рефлексе γ -Fe

дисперсных нитридов размером 20–30 нм, феррита и азотированного аустенита (рис. 2). Дисперсные нитриды формируют конгломераты, при этом, также наблюдаются протяженные области субмикронного размера пересыщенного азотом аустенита. Появление в стали ферритной фазы связано с образованием в приповерхностных слоях CrN и Cr_2N и обеднением по хрому твердого раствора после азотирования [1].

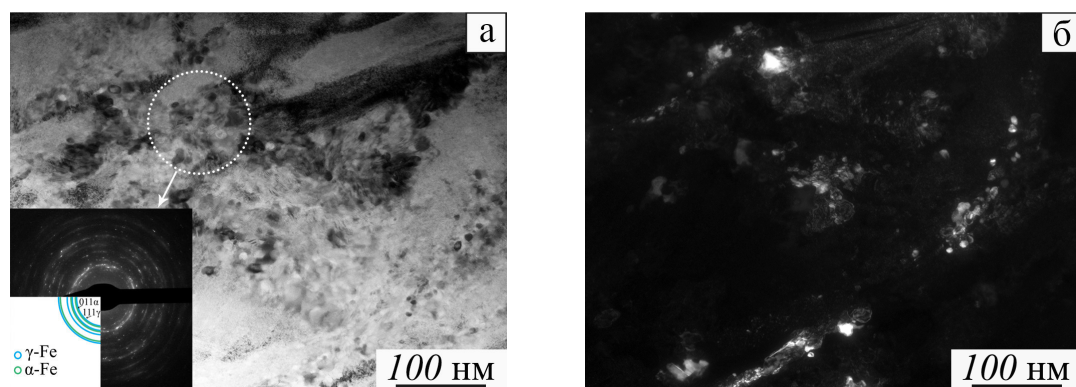


Рис.2. Микроструктура поверхностного азотированного слоя аустенитной стали (поперечное сечение образца): а – светлопольное изображение и дифракция (вклейка); б – темнопольное изображение к (а), полученное в совмещенном рефлексе нитридов и аустенита

Результаты и обсуждение. В результате ионного азотирования на поверхности стальных образцов формируется упрочненный азотированный поверхностный слой толщиной 22 – 27 мкм и диффузионная зона шириной ≈ 40 мкм, для которой характерно твердорастворное упрочнение аустенита азотом. Рентгеноструктурный анализ и анализ микродифракционных картин, полученных методом ПЭМ, позволяет говорить о том, что фазовый состав поверхностных слоев образцов после азотирования представлен аустенитом (матрица), легированным азотом аустенитом, нитридами различного состава CrN , Cr_2N , FeN , $\text{Fe}_{(2,3)}\text{N}$, Fe_4N и небольшой долей феррита (только азотированный поверхностный слой).

На рисунке 2 представлены светлопольное изображение и соответствующая микродифракционная картина (с выделенной области), а также темнопольное изображение микроструктуры азотированного слоя аустенитной стали. Методом ПЭМ установлено, что азотированный слой имеет неоднородную структуру: на поверхности образцов формируется тонкая пленка наноразмерных оксикарбонитридов (0,2 мкм). Ниже пленки наблюдали подслои, толщиной ≈ 20 –25 мкм, состоящий из

При переходе к диффузионной зоне (шириной ≈ 40 мкм), с увеличением глубины, доля нитридов постепенно уменьшается, а основной фазой является легированный азотом аустенит, который содержит высокую плотность деформационных двойников. Формирование СМК состояния с высокой плотностью дефектов и границ зерен в образцах стали до азотирования способствовало частичной релаксации структуры в диффузионном слое при насыщении азотом (540°C) с дальнейшим образованием высокой плотности двойников деформации, как релаксационного механизма в структуре (рис.3).

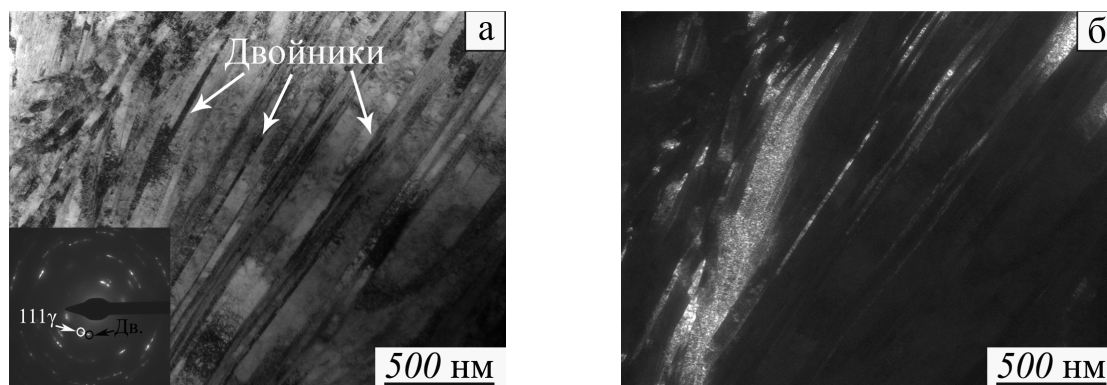


Рис. 3. Светлопольное электронно-микроскопическое изображение и соответствующая картина микродифракции (вклейка) диффузионной зоны азотированной стали 01X17H13M3;

б – темнопольное изображение к (а), полученное в рефлексе двойника

Микроструктура матрицы под композиционным азотированным слоем имеет близкую морфологию к исходной зеренно-субзеренной структуре субмикронного масштаба, полученную при прокатке и приведенную на рисунке 1.

Заключение. Ионное азотирование аустенитной стали с СМК структурой, сформированной холодной прокаткой, способствует формированию неоднородного композиционного слоя на поверхности образцов, состоящего из нескольких подслоев, а именно: (1) пленки из оксикарбонитридов, (2) азотированного слоя, содержащего протяженные области легированного азотом аустенита, феррит и дисперсные нитриды различного состава (CrN , Cr_2N , FeN , $\text{Fe}_{(2,3)}\text{N}$, Fe_4N), (3) диффузионной зоны с высокой плотностью двойников деформации и (4) аустенитной матрицы со структурой близкой к исходному состоянию, полученному при прокатке.

Авторы работы выражают благодарности д.т.н. Рамазанову К.Н. и профессору Будилову В.В. за помощь в проведении экспериментальных исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Li Y., Wang L., Xu J., Zhang D. Plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steels at anodic potential // Surface & Coatings Technology. – 2012. – № 206. – P. 2430–2437.
2. Tong W.P., Han Z., Wang L.M. Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment alloy // Surface & Coatings Technology. – 2008. – № 202. – P. 4957–4963.
3. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. – М: МИСиС, 1994. – 328 с.