

ВЛИЯНИЕ ИОННО-ЛУЧЕВОГО АЗОТИРОВАНИЯ СТАЛИ X12M НА АДГЕЗИЮ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЯ КАРБОНИТРИДА ЦИРКОНИЯ

¹А.Н. Горельчик, ¹Н.М. Чекан, ¹И.П. Акула, ²С.Р. Онысько,
¹В.В. Акулич, ¹Е.П. Шпак, ¹Л.В. Баханович

¹Физико-технический институт НАН Беларуси
г. Минск, Республика Беларусь

²Брестский государственный технический университет
г. Брест, Республика Беларусь

Исследован процесс азотирования инструментальной стали X12M, методом ионно-лучевой обработки поверхности. Изучены фазовый состав механические и трибологические свойства модифицированного азотом слоя. Модифицированный упрочнённый слой был использован как основа для нанесения износостойкого покрытия карбонитрида циркония. Изучено влияние азотированного слоя на механические свойства износостойкого покрытия. Показано, что гибридная технология приводит к увеличению твёрдости обрабатываемой поверхности до 5 раз. По данной технологии была изготовлена опытная партии пробивных пуансонов, заводские испытания которой на ОАО «Брест-маш» показали увеличение рабочего ресурса до 2,2 раз.

Ключевые слова: ионно-лучевое азотирование, износостойкое покрытие, гибридное упрочнение поверхности, покрытие карбонитрид циркония

INFLUENCE OF ION-BEAM NITRIDING OF X12M STEEL ON ADHESION AND MECHANICAL PROPERTIES OF ZIRCONIUM CARBONITRIDE COATING

¹A.N. Gorelchik, ¹N.M. Chekan, ¹I.P. Akula, ²C.R. Onysko,
¹V.V. Akulich, ¹E.P. Shpak, ¹L.V. Bahanovich

¹Physical-technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus,
Minsk, Republic of Belarus

²Brest State Technical University
Brest, Republic of Belarus

The ion-beam nitriding process using the ion-beam method of surface treatment of tool steel X12M was carried out. The phase composition, mechanical and tribological properties of the hardened layer was studied. The modified strengthened layer was used as the basis for ap-

plying a wear-resistant coating of zirconium carbonitride. The effect of the nitrated layer on the mechanical properties of the wear-resistant coating is studied. It was demonstrated that the hybrid technology leads to an increase in hardness of the treated surface up to 5 times. According to this technology, an experimental batch of blank punches was manufactured then tested in the Brestmash plant condition showed an increase of the average working resource by 2.2 times.

Keywords: ion-beam nitriding, wear-resistant coating, hybrid surface strengthening, zirconium carbonitride coating

E-mail: garikparol@rambler.ru

Введение

Одним из эффективных способов увеличения рабочего ресурса металлообрабатывающего инструмента является придание улучшенных свойств поверхности с использованием специальных методов и приемов инженерии поверхности. Современные технологии осаждения покрытий позволяют поднять твердость поверхности инструмента до уровня (25–30) ГПа при твердости основы из высоколегированных инструментальных сталей порядка (0,80–0,85) ГПа, или твердых сплавов на основе вольфрамо-кобальтовых керамик (16–18) ГПа. В последние годы были разработаны покрытия из композиционных материалов, содержащие наноразмерные кристаллиты нитридов интерметаллидов или переходных металлов, окруженные матрицей аморфных материалов, нерастворимых в кристаллических нитридах или карбонитридах. [1, 2]. Они позволяют формировать покрытия с твердостью, превышающей (30–40) ГПа и сочетают в себе основные возможные способы упрочнения тонкопленочных материалов, включая формирование твердых растворов, зернограничное и дисперсионное упрочнение. Однако существенным недостатком таких особо твердых и сверхтвердых покрытий является их высокая хрупкость [3]. Она проявляется в ходе эксплуатации при существенной деформации основы, на которую нанесены покрытия. Слабая сопротивляемость покрытий прогибу основы приводит к их растрескиванию и разрушению. Поэтому на первый план выходит необходимость упрочнения поверхностных слоев сталей, из которых изготавливаются инструменты.

В данной работе приводятся результаты упрочнения поверхности инструментальной стали X12M, из которой изготавливается штамповый, вырубной и пробивной инструмент, литейные формы, с помощью метода ионно-лучевого азотирования с последующим нанесением покрытия карбонитрида циркония (ZrCN).

Преимущество применения пучков ионов азота состоит в простоте управления процессом, возможности ускорять частицы до практически любой необходимой энергии, воспроизводимости и контролируемости параметров обработки, возможности локальной обработки поверхности. По сравнению с традиционными видами химико-термической обработки пучковые технологии позволяют существенно понизить температуру процесса азотирования и повысить его производительность [4]. Использование для обработки частиц, энергия которых на несколько порядков превышает характерные значения энергии межатомных взаимодействий в твердых телах, обеспечивает развитие структурно-фазовых превращений в условиях, далеких от термодинамически равновесных, и, как следствие, появляется возможность получения поверхностных слоев с уникальной структурой и новым комплексом свойств. Существенным преимуществом ионно-лучевого азотирования является то, что процесс протекает после достижения низкого давления остаточной атмосферы порядка 10^{-3} Па, в связи с чем отсутствует необходимость нейтрализации кислорода водородом, наличие которого приводит к охрупчиванию металлов [5].

Методики формирования и исследования покрытий

Изучение распределения плотности ионного потока в объёме вакуумной камеры проводилось при помощи системы из семи зондов Ленгмюра размещённых поперёк оси симметрии ионного источника на расстоянии 15 мм друг от друга.

Для проведения исследований по ионно-лучевому азотированию были изготовлены образцы из стали X12M, имеющие форму цилиндра высотой 4 мм и диаметром 12 мм. Азотирование велось на вакуумной установке УВНИПА-1-001 на специальном стенде [6].

Покрытие карбонитрида циркония осаждалось катодно-дуговым методом на предварительно азотированную поверхность стали. Параметры осаждения покрытия были следующими: ток дуги 90 А, давление азота порядка $1,8 \times 10^{-2}$ Па, напряжение смещения на основе минус 100 В, время осаждения 10 минут. Затем в камеру дополнительно подавался ацетилен при скорости подачи $10 \text{ см}^3/\text{мин}$ в течение 5 минут. Общее давление при этом в вакуумной камере составляло порядка $2,1 \times 10^{-2}$ Па. Толщина осажденного покрытия составила (1,0–1,5) мкм.

Фазовый состав азотированного слоя определялся с использованием рентгеноструктурного анализа по методу Брегг-Брентано (дифрактометр ДРОН-2, рентгеновское излучение Cu-K α , $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Химический состав исходных образцов стали исследовался с помощью энергодисперсионного микронзондового анализа (Philips SEN-15). Микротвердость азотированного слоя и системы покрытие-упрочнённый слой определялась методом микроиндентирования с использованием алмазной пирамидки Кнупа на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 гс и времени выдержки 10 секунд. Для каждого образца выполнялось 5 измерений длины вытянутой диагонали отпечатка индентора, по которым проводилось усреднение данных. Исследование трибологических характеристик (коэффициент трения в отсутствие смазки и удельный объёмный износ) проводилось на специализированном стенде, работающем по схеме «палец-диск». В качестве контртела использовался шарик с диаметром 5,5 мм из стали ШХ15, установленный на расстоянии 5 мм от оси вращения исследуемого объекта. Скорость вращения составляла 80 об/мин, нагрузка на контртело 1 Н, время испытаний 40 минут. Объёмный износ рассчитывался по количеству удаленного материала из трека с учетом циклов трения. Площадь поперечного сечения треков находилась из полученных на профилографе Taylor Hobson (Англия) про-филограмм. Адгезия покрытия определялась методом скрэтч-тестирования с визуальной верификацией разрушения исследуемого слоя (адгезиметр JSLT 022, Корея). Тестирование велось в диапазоне нагрузок (1–61) Н, длина царапины составляла 10 мм, время испытания 100 секунд.

Ионно-лучевое азотирование

Для азотирования инструментальной стали был использован ионный источник типа «Радикал». Ионный источник работает по схеме ускорителя с азимутальным дрейфом ионов по принципу бездиссипативного ускорения ионов самосогласованным электромагнитным полем. Разгон ионов происходит в кольцевой щели, ограниченной с одной стороны анодом, внутри которой поддерживается интенсивное радиальное магнитное поле $B_r = 0,08\text{--}0,12 \text{ Тл}$. Линии электрического поля перпендикулярны линиям магнитного поля и направлены вдоль оси ионного источника. Таким образом, электроны удерживаются магнитной ловушкой в анодном слое ионизируя подаваемый газ и выполняют роль катода в системе ускорения ионов. Схема работы ионного источника и типичное распределение плотности ионного потока в объёме вакуумной камеры представлены на рис. 1.

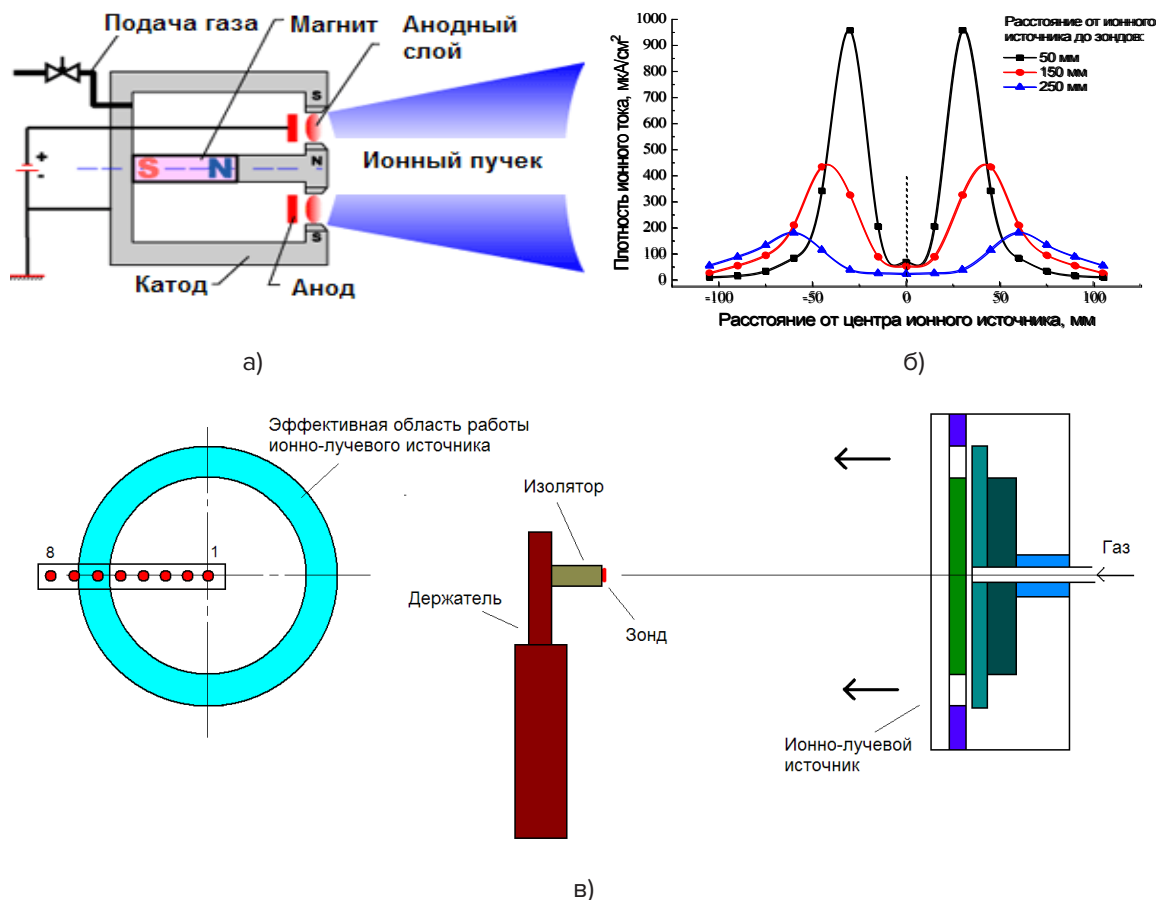


Рис. 1. Схема работы источника ионов «Радикал» (а); типичное распределение плотности ионного тока в потоке газовой плазмы (б); схема эксперимента по изучению распределения плотности ионного тока в объёме вакуумной камеры (в)

Работа источника ионов управляется при помощи ускоряющего напряжения, расхода рабочего газа и индукции магнитного поля в ускорительном канале. Конструкция ионного источника позволяет подавать ускоряющее напряжение до 7,0 кВ, что примерно соответствует выходной энергии ионов 3,5 кэВ, однако в таком режиме он не способен функционировать продолжительное время вследствие перегрева, поэтому максимальное доступное ускоряющее напряжение доступное для длительных экспериментов составляет 4,0 кВ с соответствующей энергией ионов 2 кэВ.

Исследования ионного пучка показали, что увеличение как давления азота $5,0 \times 10^{-3}$ Па до $1,0 \times 10^{-2}$ Па, так и ускоряющего напряжения с 2,0 кВ до 4,0 кВ позволяет достичь плотности ионного тока до $1,0 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Смещение максимума плотности ионного тока по мере удаления от источника позволяет определить угол расходимости пучка $17\text{--}20^\circ$ в зависимости от режима работы, при этом вдоль оси источника «Радикал» наблюдается мёртвая зона диаметром 24–60 мм. Эти особенности были учтены при расположении подложек для дальнейших экспериментов по получению модифицированного поверхностного слоя инструментальной стали.

В табл. 1 представлены условия экспериментов по ионно-лучевому азотированию инструментальной стали X12M. В серии экспериментов 1–5 варьировалось ускоряющее напряжение источника, ионный ток, давление азота. Азотирование в эксперименте 6 проводилось в газовой смеси азота и ацетилена. Образцы стали распола-

гались неподвижно на специальном стенде под углом 60° к оси ионного источника «Радикал» на расстоянии 150 мм от него.

Важным параметром, оказывающим влияние на твердость азотированной стали X12M является температура процесса. Исследования глубины и твердости азотированных слоев, полученных на стали X12M в зависимости от температуры азотирования, а также распределения микротвердости по глубине азотированного слоя показали, что существует оптимальное значение температуры, обеспечивающее максимальную твердость азотированного слоя. Такой температурой для данной марки стали является 500 °С, в области которой проводились процессы азотирования в настоящей работе. Повышение температуры выше оптимальной вызывает снижение твердости азотированного слоя и сердцевины за счет высокотемпературного отпуска, который при температурах 580–600 °С, вызывает снижение твердости сердцевины на 30–40 % по сравнению с исходным закаленным материалом. Температура поверхности образцов Т в процессе азотирования поддерживалась при помощи инфракрасного нагревателя мощностью 500 Вт и контролировалась при помощи термопары хромель-алюмель и составляла порядка 480–490 °С.

Табл. 1

Условия азотирования образцов поверхности стали X12MФ

№ эксп.	T, °С	P(N ₂), ×10 ⁻³ Па	P(C ₂ H ₂), ×10 ⁻³ Па	U _{уск} , кВ	I _{ион} , мА	U _{опорн} , кВ	t, мин
1	480– 490	7,5	–	2,0	60	–	120
2				3,0	80		120
3				4,0	90		120
4				3,0	150		120
5				3,0	120		120
6		7,5		7,5	4,0		100
7	–	7,5	–	4,0	90	-2,0	90

Дополнительно были проведены единичные эксперименты по определению влияния добавки углерода в состав газовой смеси (эксперимент 6) и напряжение смещения, подаваемого на азотируемый образец (эксперимент 7). В последнем случае образец вращался по планетарной траектории, что привело к невозможности выполнить контроль температуры образца при помощи термопары. До начала эксперимента по азотированию был уточнён состава используемой стали X12M (ГОСТ 5950-73). Результаты химического анализа приведены в табл. 2. Данный состав предполагает возможность образования наряду с нитридными фазами железа нитридов хрома, а также, возможно, нитридов других легирующих элементов. Вероятность образования нитридных фаз тем выше, чем больше значение энтальпии их образования из твердых растворов. Для основных легирующих элементов хрома и ванадия энтальпия образования составляет -123,4, и -217,5 кДж/моль соответственно, тогда как энтальпия образования нитридов железа находится в пределах от -42,6 до -30,0 кДж/моль [7]. Поэтому при выборе необходимых условий эксперимента следует избегать чрезмерного образования нитридных фаз железа, ведущего к появлению нежелательного во многих случаях хрупкого «белого слоя».

Рентгеновские дифрактограммы поверхностного слоя образцов стали X12M представлены на рис. 2. На дифрактограмме исходного образца (№ 0) видны исклю-

чительно пики принадлежащие фазе α -Fe, их положение выделено сплошными вертикальными линиями, что говорит о том, что все легирующие элементы растворены в решётке α -Fe и не образуют собственных фаз.

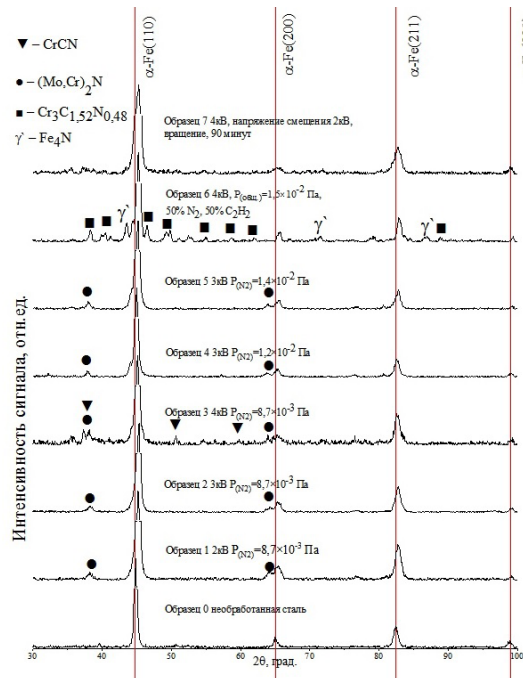


Рис. 2. Рентгеновские диффрактограммы образцов стали X12M азотированных при различных режимах

Табл. 2

Химический состав стали X12M, ат.%

Si	V	Cr	Fe	Ni	Mo
0,32	0,80	12,02	85,96	0,17	0,73

При обработке стали пучками ионов азота с минимальным ускоряющим напряжением в 2,0 кВ и 3,0 кВ, вне зависимости от давления реакционного газа, (образцы 1, 2, 4 и 5) образуется ОЦК нитридная фаза легирующих элементов хрома и молибдена $(Cr,Mo)_2N$, пики которой расположены на углах дифракции $2\theta = 38^\circ$ и 64° соответствуют отражениям от плоскостей (111) и (220). Увеличение ускоряющего напряжения ионного источника до 4,0 кВ приводит к интенсификации фазовых превращений. Расшифровка рентгенограмм образца 3, обрабатывавшегося при давлении азота $8,7 \times 10^{-3}$ Па, показала рост фазы $(Cr,Mo)_2N$, как и для образцов, полученных при меньшей энергии ионов, а также фазы CrCN с пиками, лежащими на углах $2\theta = 37^\circ, 51^\circ$ и 59° , соответствующих отражениям от плоскостей (111), (211) и (220). При этом наблюдается смещение положения пиков соответствующих ферритной фазе в сторону больших углов, что соответствует уменьшению межплоскостных расстояний. Это свидетельствует о «вымывании» легирующих элементов из фазы α -Fe. Таким образом, процесс модификации поверхности стали существенно зависит от энергии ионов азота, которая управляется ускоряющим напряжением источника.

Дополнительный эксперимент по влиянию углеводородного газа на процесс азотирования (образец N°6) был проведён при максимально доступном ускоряющем напряжении ионного источника 4,0 кВ. Анализ соответствующей рентгенограммы по-

казал изменение фазового состава, по сравнению с использованием одного лишь азота. В результате образуется нитридная фаза γ -Fe и фаза карбонитрида хрома $\text{Cr}_3(\text{C,N})_2$, имеющая орторомбическую кристаллическую решётку. Пики нитрида железа, относящиеся к отражениям от плоскостей (111), (220) и (311) лежат на углах $2\theta = 43^\circ$, 72° и 87° . Присутствие фазы карбонитрида хрома выявлено по серии пиков, положение на диаграмме и плоскости отражения которых указаны в табл. 3. Добавление ацетилена в состав газовой смеси приводит не только к образованию карбонитридной фазы, но и увеличивает восприимчивость железа азотированию, возможно за счёт дополнительной активации поверхности в процессе обработки водородом образующимся при разложении молекулы ацетилена, который химически связывает и выводит остатки кислорода в при-поверхностном слое обрабатываемой стали.

Табл. 3

Рентгенодифракционные пики фазы $\text{Cr}_3(\text{C,N})_2$ образца №6

2θ	38,28°	40,34°	41,19°	46,44°	49,21°	54,94°	58,58°	61,88°	88,78°
hkl	(111)	(040)	(041)	(131)	(132)	(004)	(133)	(061)	(154)

На дифрактограмме образца №7 не было обнаружено пиков по которым можно было бы идентифицировать те или иные фазы не относящиеся к фазе α -Fe. Однако, по сравнению с исходным образцом, наблюдается существенное уширение дифракционных линий, что свидетельствует о деформации решётки альфа фазы железа вблизи примесей внедрения.

Результаты измерения твёрдости исходного и азотированных образцов стали X12M приведены в табл. 4. Видно, что в результате обработки поверхности азотом, твёрдость образцов возрастает в 1,4–2,4 раза, в зависимости от условий эксперимента. При этом лучшие результаты получены при ускоряющем напряжении ионного источника 4,0 кВ. Максимальная твёрдость основы получена при режиме азотирования №7, при котором на обрабатываемую поверхность подавалось напряжение смещения. С учётом результатов фазового анализа для данного образца, можно сделать вывод о механизме упрочнения поверхности, связанного с формированием твёрдых растворов азота в альфа железе без образования новых нитридных фаз. Преимущество механизма упрочнения без фазообразования можно объяснить тем, что при формировании новых фаз одновременно с упрочнением за счёт дисперсного упрочнения (частицы нитридных фаз легирующих элементов) происходит разупрочнение из-за «вымывания» легирующих элементов из твёрдых растворов фазы альфа железа.

Табл. 4

Твёрдость образцов стали X12M после азотирования, ГПа

Номер образца							
0	1	2	3	4	5	6	7
4,27	7,85	7,66	8,14	6,06	7,21	8,44	10,22

Проведённые трибологические испытания показали, что для всех азотированных образцов характерно одинаковое поведение коэффициента трения. На рис. 3 представлено сравнение зависимости коэффициента трения по азотированной стали и аналогичной зависимости по необработанной стали X12M. В течении первых 300 секунд происходит удаление оксидного слоя, имеющего малый коэффициент трения, что сопро-

вождается постепенным ростом коэффициента трения с 0,15–0,20 до 0,70–0,80. В промежутке времени с 300-ой по 800-ую секунды наблюдается переходный процесс, когда устойчивый трибослой ещё не сформировался, а продукты изнашивания периодически вытесняются на периферию трека трения, что приводит к скачкообразному изменению коэффициента трения. Третий этап начинается с 800-ой секунды и характеризуется устоявшимся коэффициентом трения, при этом для неазотированного образца, устоявшийся коэффициент трения колеблется в диапазоне 0,90–0,95, а для обработанных ионами азота образцов составляет примерно 0,85.

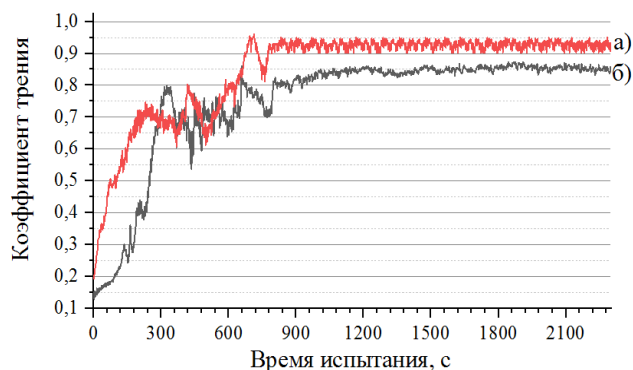


Рис. 3. Коэффициент трения для стали X12M: исходный образец (а); азотированный образец (б)

Понижение устоявшегося коэффициента трения связано с увеличением твёрдости азотированных образцов и уменьшением диссипации энергии, связанной с разрушением трущихся поверхностей.

Исследование дорожек трения на профилометре показало, что при трении контртела ШХ15 по стали X12M изнашивание азотированного слоя в ней идёт крайне медленно, вследствие большей твёрдости поверхности основы, по сравнению с контртелом, в результате чего определить профиль не представляется возможным. Изучение контактной поверхности (рис. 4) использовавшегося контртела методами оптической микроскопии показало, что в процессе трения данной трибопары идёт интенсивное изнашивание непосредственно контртела, при этом площадь притёртой площадки для азотированных образцов больше примерно в 1,3 раза, по сравнению с контртелом, взаимодействовавшим с исходной поверхностью. На снимках (рис. 4) видны каверны в результате схватывания и выноса материала контртела и материала основы, характерные для адгезионного механизма изнашивания. Для получения профилей изнашивания была проведена дополнительная серия трибологических испытаний с заменой контртела на шарик диаметром 5 мм изготовленный из твёрдого сплава ВК6. На рис. 5 представлена профилограмма исходного образца, в сравнении с типичной профилограммой, полученной на азотированной стали. Хорошо видны поперечные сечения дорожек трения, при этом глубина трека, образовавшегося на азотированном образце существенно меньше, чем аналогичные параметры исходного образца. Интегрированием функции разности интерполированной линии поверхности образца и экспериментальной кривой определялась площадь сечения дорожки износа.

Полученные значения, которые приведены в табл. 5, позволили рассчитать удельный объёмный износ исследуемых образцов для схемы испытания «палец-диск» по формуле:

$$W_v = \frac{2\pi R_{\text{мм}} S_{\text{мм}^2}}{2\pi R_{\text{м}} nP_{\text{Н}}} = \frac{S}{nP} \times 10^3 \frac{\text{мм}^2}{\text{Н}\cdot\text{м}}$$

где W_v – удельный объёмный износ, R и S – радиус и площадь поперечного сечения дорожки трения соответственно, P – нормальная нагрузка на контртело, n – число циклов вращения.

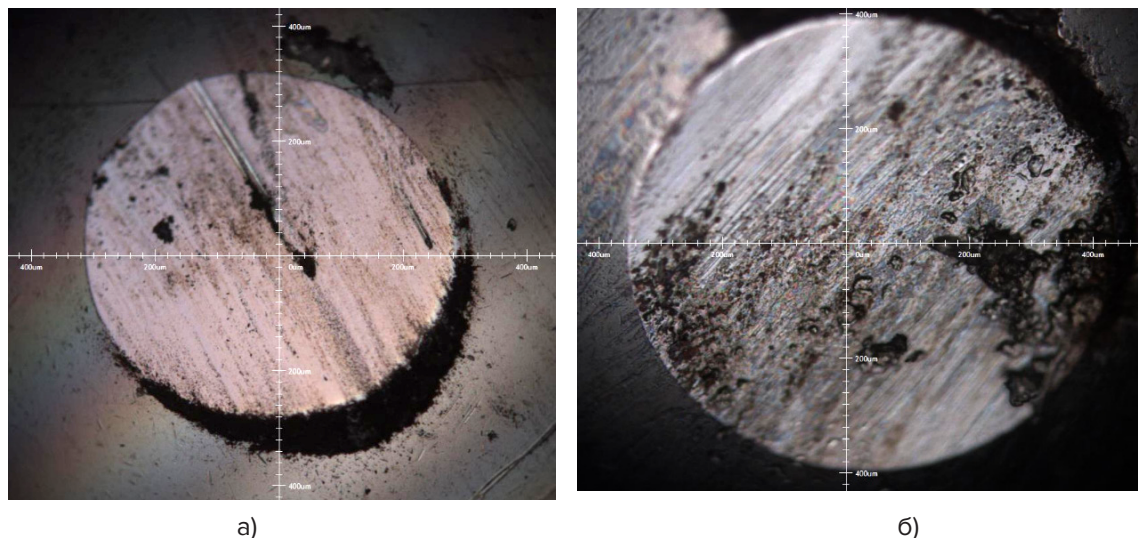


Рис. 4. Изображения контактной площадки, образующейся на контртеле из стали ШХ15 при трении со сталью X12M: исходный образец (а); образец, азотированный в режиме 3 (б)

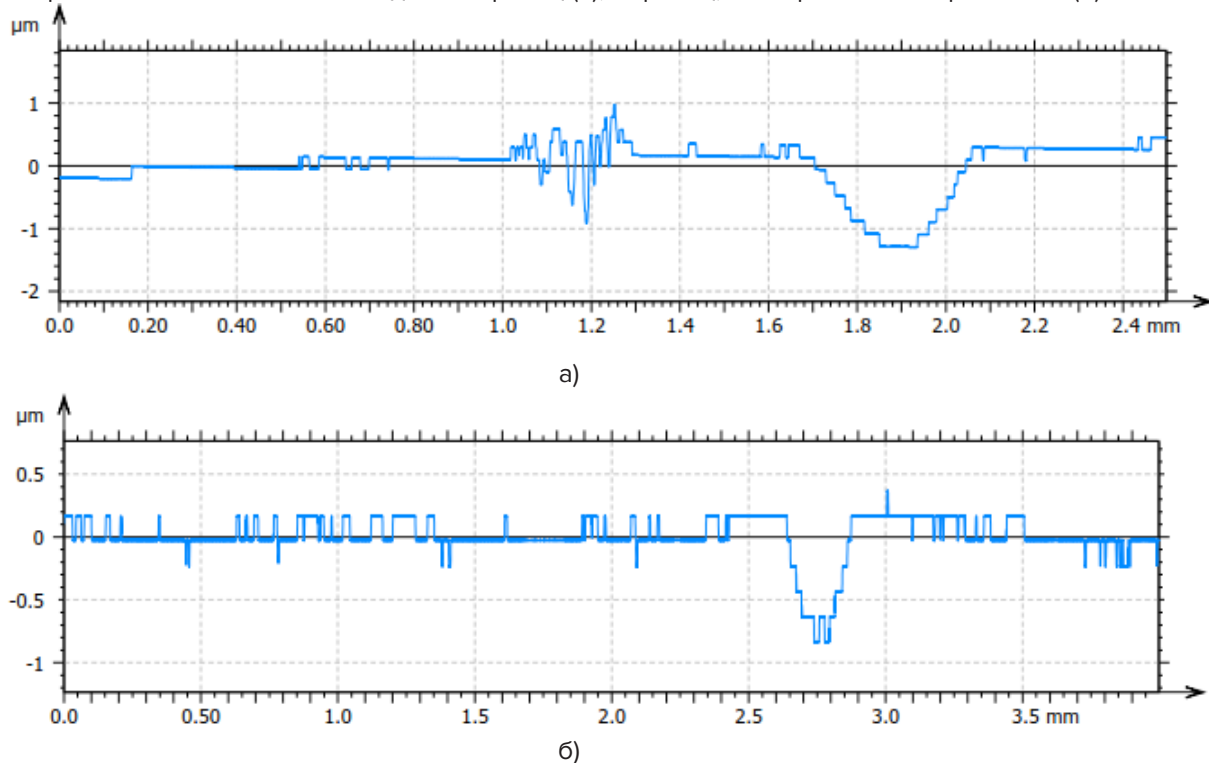


Рис. 5. Профилограммы сечения поверхности образцов, снятые в плоскости перпендикулярной касательной к дорожке трения сформированной на исходном (а) и азотированном в режиме 4 (б) образце стали X12M

На рис. 6 (а) показана диаграмма со значениями вычисленного по вышеприведённой формуле удельного объёмного износа. Видно, что ионно-лучевое азотирование позволяет снизить износ поверхности образцов из стали X12M в 1,8–15,1 раза, в зависимости от условий обработки. Лучшие результаты были получены для образцов, обработанных в дополнительных режимах № 6 и 7. Так образец №6 демонстрирует уменьшение износа до $5,0 \times 10^{-4} \text{ мм}^3/(\text{Н}\cdot\text{м})$ по сравнению с износом контрольного образца, составившем $75,3 \times 10^{-4} \text{ мм}^3/(\text{Н}\cdot\text{м})$. Снижение износа в 15 раз по сравнению с необработанным образцом можно объяснить, исходя из условий получения в среде ацетилена с максимально высоким ускоряющим напряжением ионного источника, образованием карбонитридной фазы хрома, повышающей износостойкость металла [8].

Можно заметить, что для большинства образцов выполняется определённая закономерность – износ уменьшается с ростом твёрдости. Анализ зависимости удельного объёмного износа от поверхностной твёрдости показал, что он обратно пропорционален квадрату твёрдости, как это продемонстрировано на рис. 6 (б). При этом значение коэффициента пропорциональности составляет 0,138 ГПа.

Табл. 5

Площадь сечения дорожки износа, $\times 10^{-4} \text{ мм}^2$

Номер образца							
0	1	2	3	4	5	6	7
241	86	98	60	136	61	16	42

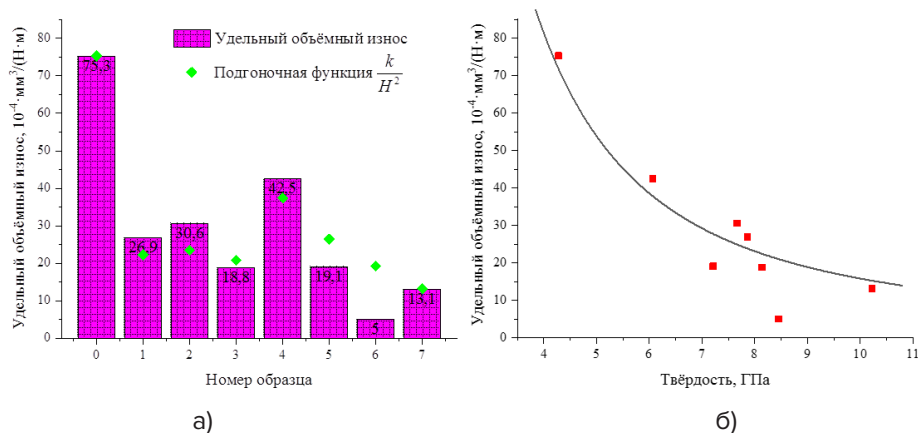


Рис. 6. Диаграмма удельного объёмного износа стали X12M с подгоночной функцией (а). Зависимость удельного объёмного износа от твёрдости: экспериментальные значения и аппроксимирующая кривая (б)

Покрyтия ZrCN на азотированной стали

Результаты измерения микротвёрдости системы основа-покрытие приведены на рис. 7, вместе с твёрдостью стали X12M азотированной при тех же условиях, что и основа покрытий. Видно, что покрытие ZrCN, нанесённое на неупрочнённую поверхность, (образец 0) показывает относительно невысокую измеряемую микротвёрдость примерно 10 ГПа, сопоставимую с твёрдостью упрочнённой стали X12M (образец 7). Это обусловлено малой толщиной покрытия и сильным влиянием сравнительно мягкой основы на измеряемую твёрдость. Увеличение твёрдости упрочняемой стали приводит к непро-

порциональному кратному росту измеряемой микротвёрдости системы основа-покрытие. Например, для образца № 4 увеличение твёрдости стали в 1,4 раза привело к возрастанию твёрдости системы в 4,9 раза. Аналогичное явление характерно для всех образцов, вне зависимости от параметров обработки. Можно видеть, что примененный в настоящей работе комбинированный способ обработки при определённых условиях (образцы 2, 3, 4, 6, 7) позволяет получать сверхтвёрдые слои модифицированного материала поверхности.

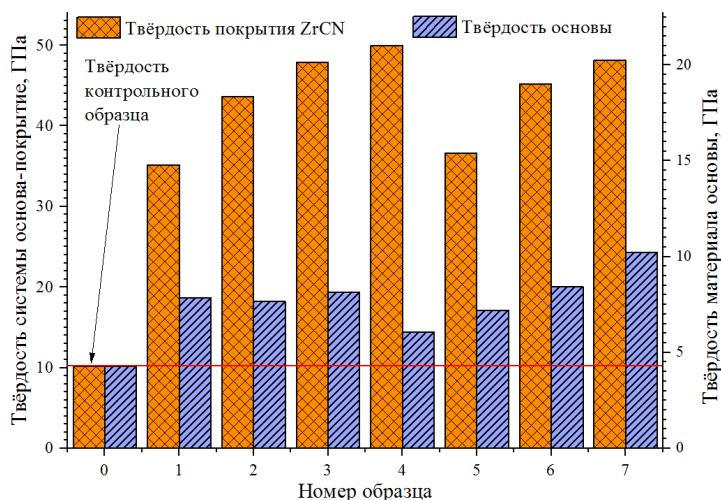


Рис. 7. Твёрдость системы основа-покрытие ZrCN на азотированной (1–7) и неазотированной (0) стали X12M (левая шкала) и твёрдость материала основы (правая шкала)

Параметры адгезии покрытий оценивались по четырём значениям критической нагрузки. Появление устойчивого сигнала датчика акустической эмиссии отмечается точкой Lc1, это является свидетельством начала разрушения покрытия под индентором, зачастую невидимого при наблюдении в микроскоп и связано с появлением сетки мелких трещин. Наблюдение крупных трещин в покрытии под индентором отмечается точкой Lc2. Появление сколов и крупных трещин на периферии трека отмечается точкой Lc3. Полное удаление покрытия с материала основы в треке скрайбирования соответствует критической нагрузке Lc4, именно значение данной нагрузки принимается как адгезия покрытия, определённая по методу скрэтч-тестирования [9].

На рис. 8 приведены данные по скрэтч-тестированию. На графике кроме сигнала акустической эмиссии (фиолетовая линия) регистрируется действительное значение нормальной нагрузки (красный), тангенциальное усилие движения индентера вдоль поверхности, которое в частных случаях совпадает с силой трения (бирюзовый) и отношение тангенциального усилия к нормальному (зелёный). Под графиком приведено панорамное изображение трека скрайбирования с отмеченными на нём критическими нагрузками.

Сравнение результатов испытаний покрытий ZrCN на необработанной и азотированной стали, приведённых в табл. 6, показало, что для всех подвергнутых ионно-лучевой обработке образцов наблюдается разрушение покрытия при больших нагрузках по всем оцениваемым параметрам критической нагрузки. Появление устойчивого сигнала эмиссии при более высоких нагрузках для азотированных образцов, свидетельствует о высокой устойчивости покрытий к трещинообразованию и, соответственно, к усталостному изнашиванию покрытий при циклической нагрузке. Это особенно важно для твёрдых и сверхтвёрдых покрытий, которые являются по своей природе хрупкими, и их фрагменты могут играть роль абразивных частиц при быстром разрушении покрытий, как это имеет место для сравнительно мягкой исходной основы. Азотирование благо-

приятно сказывается и на величине адгезии. Можно видеть, что значение параметра $Lc4$ увеличивается в 1,7–3,1 раза в зависимости от параметров ионно-лучевой обработки материала основы. Зависимость величины адгезии от ускоряющего напряжения ионного источника и давления азота является немонотонной, и её максимум достигается при 3,0 кВ и $1,2 \times 10^{-2}$ Па. Максимально достигнутое значение адгезии составляет 58 Н.

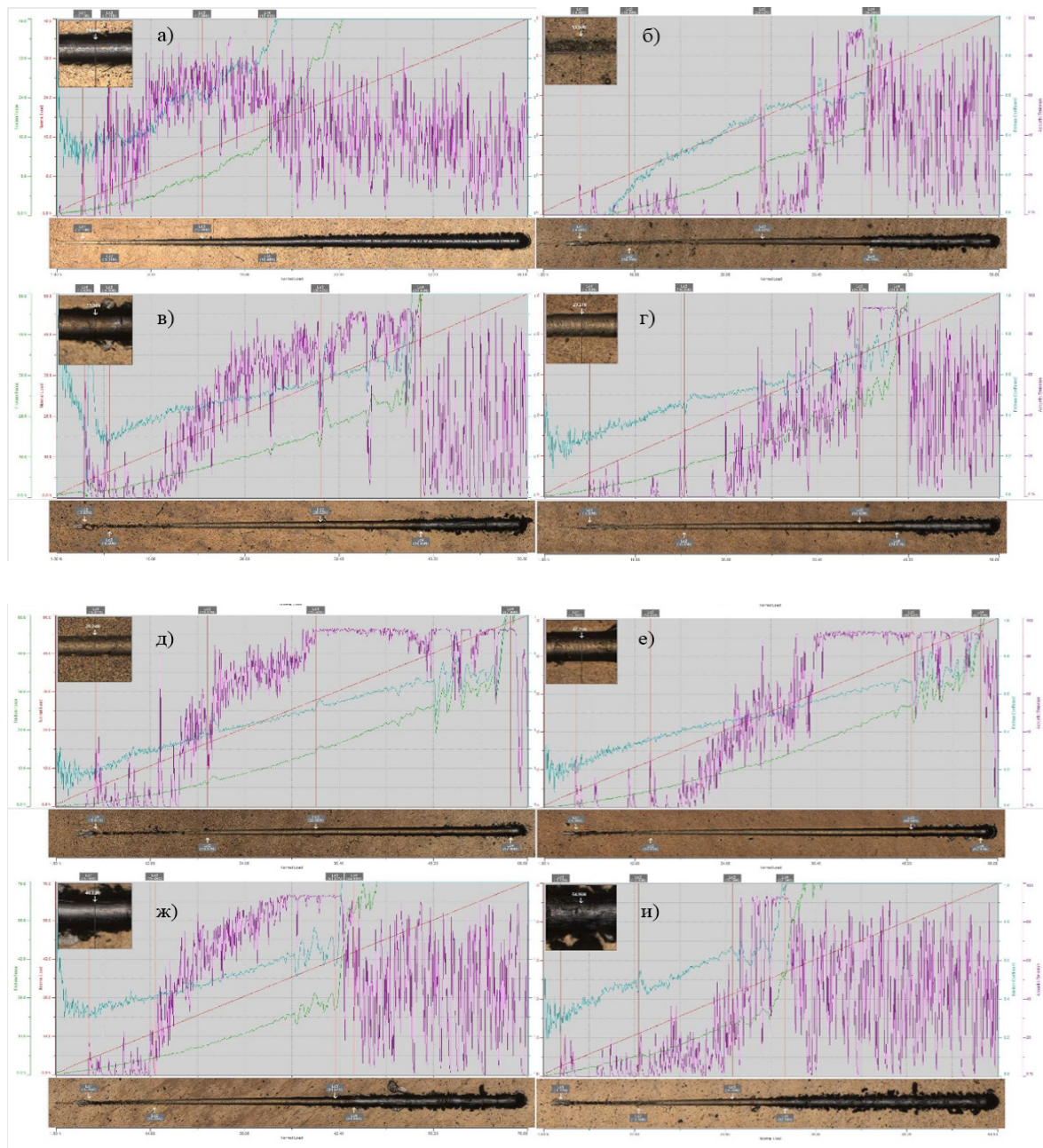


Рис. 8. Адгезия покрытия ZrCN на стали X12M: контрольный образец без азотирования (а); основа, азотированная при различных режимах 1 – 7 (б – и) соответственно

Результаты адгезионных испытаний покрытия ZrCN на стали X12M

№ образца	Параметр адгезии, Н			
	Lc1	Lc2	Lc3	Lc4
0	3,1	5,3	13,0	18,5
1	4,9	10,3	24,5	36,2
2	3,9	6,5	28,5	39,0
3	5,8	16,0	35,0	39,0
4	5,9	19,9	33,5	58,0
5	5,1	14,9	48,8	57,9
6	5,8	15,5	41,9	44,7
7	24,7	13,3	25,6	32,4

Испытание инструмента с гибридным упрочнением поверхности

Результаты исследования были положены в основу технологического процесса модификации поверхности пробивных пуансонов, изготовленных из стали X12MФ. Пуансоны были испытаны в условиях производства ОАО «Брестмаш».

В соответствии с методикой испытаний штамповой оснастки, инструмент с износостойким композиционным покрытием фиксировался в штампе, с последующей установкой последнего в пресс K2128E. В ходе работы штампа проводилась наработка пуансонов на отказ с измерением размеров его рабочей поверхности при помощи микрометра МК (0–25) ГОСТ 6507-90, а также визуальным осмотром на наличие адгезионного износа (налипания пробиваемого металла на инструмент). Для сравнения результатов испытаний проводилась пробивка отверстий инструментом без покрытия. В результате проведенных испытаний установлено что:

- количество пробивок для пуансонов, подвергнутых комбинированной обработке, составило в среднем 5830 пробивок, тогда как для необработанного инструмента количество пробивок в среднем составило 2630, т.е. срок службы увеличился в 2,2 раза;

- выход из строя инструмента происходил за счет износа рабочей части инструмента, или налипания металла на пуансон, которое влекло за собой образование задиров и недопустимой шероховатости на внутренней части отверстий, а также способствовало появлению заусенцев (рис. 9);

- пуансоны с нанесенным упрочняющим покрытием позволили выполнить большее количество операций по пробивке отверстий в деталях, при этом налипание удаляемого металла на инструмент происходило равномерно, что в свою очередь привело к уменьшению размера заусенцев и снижению шероховатости в отверстиях.

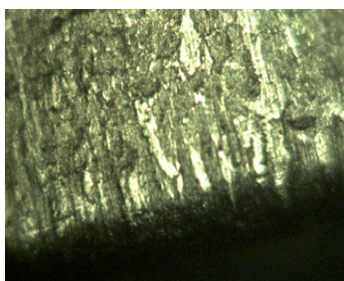


Рис. 9. Износ поверхности пуансона

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящем комплексном исследовании гибридного метода упрочнения поверхности установлено распределение потока ионов азота, создаваемого ионно-лучевым источником с ускоряющим анодным слоем в вакуумной камере. Ионный пучок имеет форму усечённого конуса, с провалом интенсивности вблизи оси источника. Угол расходимости конуса составляет $17\text{--}20^\circ$, диаметр внутренней зоны с близким к нулю потоком ионов составляет 24 мм и 60 мм на расстояниях от ионного источника 150 мм и 250 мм соответственно. Наибольшее значение плотности ионного тока составило 1 мА/см^2 при максимальном рабочем ускоряющем напряжении 4 кВ.

Исследование фазового состава модифицированной поверхности стали X12M показало образование нитридной фазы $(\text{Cr},\text{Mo})_2\text{N}$ при обработке ионным пучком с ускоряющими напряжениями 2,0–3,0 кВ. При более высоком напряжении появляется дополнительная фаза карбонитрида хрома CrCN. Ионно-лучевая обработка азотом в атмосфере ацетилена приводит к изменению фазового состава с возникновением фазы $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ и орторомбического карбонитрида хрома, имеющего состав $\text{Cr}_3\text{C}_{1,52}\text{N}_{0,48}$. Азотирование без дополнительного нагрева с подачей отрицательного напряжения смещения 2,0 кВ не приводит к появлению новых фаз, однако наблюдается уширение дифракционных пиков α -железа, обусловленное формированием твёрдого раствора азота.

Трибологические испытания показали существенное увеличение износостойкости поверхности азотированной стали. При режиме азотирования с ускоряющим напряжением 4,0 кВ в атмосфере ацетилена износостойкость выросла в 15 раз. Экспериментально установлена обратноквадратичная зависимость удельного объемного износа от твёрдости.

Показано, что азотирование основы благоприятно сказывается на твёрдости системы основа-покрытие, значение которой для некоторых образцов превышает 40 ГПа, т.е. происходит формирование сверхтвёрдых слоёв упрочняемой поверхности.

Упрочнение основы приводит к существенному возрастанию трещиностойкости покрытия ZrCN и его адгезии. Адгезия увеличивается в 1,7–3,1 раза в зависимости от условий ионно-лучевого азотирования.

Результаты исследования показывают перспективность данной гибридной технологии в промышленном применении, о чём свидетельствуют успешные испытания опытной партии пробивных пуансонов, показавших среднее увеличении срока службы в 2,2 раза.

ЛИТЕРАТУРА

1. Musil J., Zeman P., Baroch P. Hard nanocomposite coatings. // *Comprehensive Materials Processing*. – 2014. – P. 325–353.
2. Чекан Н.М. Современные сверхтвёрдые покрытия для инструментов, машин и механизмов. // *Материалы Международной научно-технической конференции «Современные методы и технологии создания и обработки материалов»* (Минск, Беларусь 16-18 сентября 2014 г.) ФТИ НАН Беларуси - Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2014, т. 2, С. 396-436.
3. Malagin G.A. Plasticity and strength of micro- and nanocrystalline materials. // *Physics of the Solid State*. – 2006. – V. 49. – P. 961-982.
4. Белый А.В. Ионно-лучевое азотирование металлов, сплавов и керамических материалов. // Минск: Беларуская навука, 2014. – 411 с.
5. Barrera O., Bombac D., Chen Y., Daff T.D., Galindo-Nava E., Gong P. Understanding and mitigating hydrogen embrittlement of steels: a review of experimental, modelling and design progress from atomistic to continuum // *Journal of Materials Science*. – 2018. – V. 53. – N. 9. – P. 6251-6290.

6. Чекан Н.М., Акула И.П., Горельчик А.Н. Гибридное ионно-плазменное упрочнение инструментальной стали P18 // Современные методы и технологии создания и обработки материалов – 2018. – Т. 1. – С. 46-55.
7. Chen J.S., Yu C., Lu H. Phase stability, magnetism, elastic properties and hardness of binary iron nitrides from first principles // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – V. 625. – P. 224 – 230.
8. Bergmann C. P., Vicenzi J. Protection against erosive wear using thermal sprayed cermet: A review // Springer Science & Business Media – 2011. – 77 P.
9. Чекан Н.М., Акула И.П., Горельчик А.Н. Азотирование и нанесение особотвердых композиционных покрытий на поверхность инструментальных сталей в едином технологическом цикле // 60-я Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 14-18 мая 2018 года, материалы конференции под ред. чл.-корр. НАН Беларуси В.В. Рубаника, 2018, с. 176-180.

REFERENCES

1. Musil J., Zeman P., Baroch P. Hard nanocomposite coatings. // Comprehensive Materials Processing. – 2014. – P. 325–353.
2. Chekan N.M. Sovremennyye sverkhтвердые pokrytiya dlya instrumentov, mashin i mekhanizmov. Materialy Mezhdunarodnoy nauchno-tekhnicheskoy konferentsii «Sovremennyye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov» [Modern superhard coatings for tools machines and mechanisms. Materials of the International Scientific and Technical Conference “Modern methods and Technologies of Material Creation and Processing”]. Minsk, FTI NAS of Belarus. 2014. v. 2. P. 396-436 (in Russian)
3. Malagin G.A. Plasticity and strength of micro- and nanocrystalline materials. // Physics of the Solid State. – 2006. – V. 49. – P. 961-982.
4. Belyj A.V. Ionno-luchevoe азотирование металлов, сплавов и керамических материалов [Ion-beam nitriding of metallic and ceramic materials].// Minsk: Belarussian science, 2014. – 411 P. (in Russian)
5. Barrera O., Bombac D., Chen Y., Daff T.D., Galindo-Nava E., Gong P. Understanding and mitigating hydrogen embrittlement of steels: a review of experimental, modelling and design progress from atomistic to continuum // Journal of Materials Science. – 2018. – V. 53. – N. 9. – P. 6251-6290.
6. Chekan N.M., Akula I.P., Gorelchik A.N. Gибридное ионно-плазменное упрочнение инструментальной стали R18. Современные методы и технологии создания и обработки материалов [Hybrid plasma-ion strengthening of R18 tool steel. Modern methods and technologies of material creation and processing] – 2018. – V. 1. – P. 46-55. (in Russian)
7. Chen J.S., Yu C., Lu H. Phase stability, magnetism, elastic properties and hardness of binary iron nitrides from first principles // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – V. 625. – P. 224 – 230.
8. Bergmann C. P., Vicenzi J. Protection against erosive wear using thermal sprayed cermet: A review // Springer Science & Business Media – 2011. – 77 P.
9. Chekan N.M., Akula I.P., Gorel'chik A.N. Azotirovanie i nanesenie osobotverdykh kompozitsionnykh pokrytij na poverhnost' instrumental'nykh stalej v edinom tekhnologicheskom cikle // 60-ya Mezhdunarodnaya konferenciya "Aktual'nye problemy prochnosti", 14-18 maya 2018 goda, materialy konferencii pod red. chl.-korr. NAN Belarusi V.V. Rubanika [Nitriding and deposition of superhard composite coatings on surface of instrumental tool steel. 60 International conference «Actual problems of strength», May 14-18 2018] – 2018. – P. 176-180. (in Russian)

Статья поступила в редакцию 22.02.2021 г.