## БЕЗВОДОРОДНОЕ АЗОТИРОВАНИЕ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ В ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА С АКТИВНЫМ ЭКРАНОМ

# HYDROGEN-FREE NITRIDING OF STAINLESS STEEL IN GLOW DISCHARGE PLASMA WITH ACTIVE SCREEN

В.О.Оскирко<sup>1,2</sup> (ORCID: 0000-0001-5167-0133) / <u>oskirkovo@gmail.com</u>, А.С.Гренадёров<sup>1</sup> (ORCID: 0000-0001-6013-0200) / <u>1711sasha@mail.ru</u>, И.М.Гончаренко<sup>1</sup> (ORCID: 0000-0002-0270-1156) / <u>ugor2012@sibmail.com</u>, А.П.Павлов<sup>1,2</sup> (ORCID: 0000-0002-4018-7098) / <u>APELTom@yandex.ru</u>, A.H.Захаров<sup>1</sup> (ORCID: 0000-0002-1068-6160) / zare17@yandex.ru

## V.O.Oskirko, A.S.Grenadyorov, I.M.Goncharenko, A.P.Pavlov, A.N.Zakharov

<sup>1</sup>Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, г.Томск

<sup>2</sup>ООО «Прикладная электроника», г.Томск

Работа посвящена азотированию нержавеющей стали марки AISI 316L без использования водорода с помощью системы плазменного азотирования с активным экраном и без него. Показано, что в процессе плазменного азотирования формируются твердые диффузионные слои глубиной от 30 до 100 мкм. Увеличение длительности процесса диффузионного насыщения приводит к увеличению толщины упрочненного слоя. Азотированные образцы демонстрируют низкую скорость износа. Азотирование образцов с использованием активного экрана, обеспечивает более высокую твердость поверхности и большую протяженность упрочненного слоя, по сравнению с азотированием без активного экрана.

Ключевые слова: плазменное азотирование, активный экран, 03X17H14M3.

The paper presents the results of experiments on hydrogen-free plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel. A comparison of plasma nitriding regimes with and without an active screen has been carried out. It is shown that in the process of plasma nitriding hardened diffusion layers with a depth of  $30 - 100 \mu m$  are formed. An increase in the duration of the diffusion saturation process leads to an increase in the hardened layer thickness. Nitrided specimens exhibit low wear rates. Samples nitrided using an active screen have a higher surface hardness and a deeper hardened layer.

Keywords: plasma nitriding, active screen, steel AISI 316L.

## введение

Аустенитная нержавеющая сталь широко используется во многих областях промышленности из-за своей превосходной стойкости к коррозии [1,2]. Она обеспечивается благодаря образованию пассивирующего оксидного слоя на поверхности. К сожалению, нержавеющая сталь обладает невысокой твердостью и износостойкостью, что серьезно ограничивает её применение в условиях, где необходимо выдерживать высокие механические нагрузки [3]. Улучшить прочностные свойства нержавеющей стали удается с помощью плазменного азотирования [4,5].

В подавляющем большинстве работ, посвященных плазменному азотированию нержавеющей стали, применяется водород [6,7]. Он добавляется к азоту в различных пропорциях, для удаления с поверхности оксидов. Это приводит к увеличению скорости роста нитридных фаз и диффузии азота. Тем не менее, использование водорода в процессе

плазменного азотирования приводит возникновению нескольких проблем: к взрывоопасность, необходимость утилизации отходов в случае применения аммиака и охрупчивание. Избавление от водорода позволило упростить водородное бы технологическое оборудование и управление процессом. В наших предыдущих работах было показано, что азотирование конструкционной легированной стали AISI 5040 может осуществляться с высокой скоростью без применения водорода, как с помощью обычной системы плазменного азотирования [8], так и с помощью системы с активным экраном [9].

Целью настоящей работы является исследование возможности безводородного азотирования нержавеющей стали марки AISI 316L с помощью системы плазменного азотирования в тлеющем разряде с активным экраном (ASPN) и без него (DCPN). Исследовано влияние длительности процесса обработки на глубину упрочнения, фазовый состав, износо- и коррозионную стойкость полученных образцов.

#### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Процесс безводородного азотирования проводился на вакуумной установке с вертикальной загрузкой, оснащенной активным экраном. Оборудование состояло из вакуумной камеры объемом 2 м<sup>3</sup> с водоохлаждаемыми стенками и форвакуумного насоса с быстротой действия 63 л/с, обеспечивающего остаточное давление в газоразрядной установке 2,5 Па. На рис. 1 представлена схема вакуумной установки и ее основных узлов. Процесс проводился при давлении 20 Па, расход азота N<sub>2</sub> составлял 19±1 л/ч. Для обеспечения разряда использовался источник электропитания APEL-N-20PDC1000 мощностью 20 кВт (ООО "Прикладная электроника", Россия). Температура изделий контролировалась термопарой К-типа, расположенной внутри металлического свидетеля, находящегося рядом с азотируемыми образцами. Температура азотирования составляла  $570\pm5^{\circ}$ С. Образцы размером  $30\times30$  мм<sup>2</sup> изготавливались из листа нержавеющей стали марки AISI 316L толщиной 2 мм.

Полировка поверхности осуществлялась с помощью наждачной бумаги зернистостью Р2000 (ISO-6344) до 10 класса шероховатости ( $R_a$  примерно 0,18±0,04 мкм). Перед загрузкой образцов в вакуумную камеру производилась очистка поверхности в ультразвуковой ванне с помощью изопропилового спирта и ацетона в течение 10 минут в каждой среде. В исследовании участвовало 4 группы образцов, отличающиеся длительностью процесса азотирования (30, 90, 180 и 360 мин). В каждой группе участвовало по 4 образца для статистической сводки. Твердость полученных образцов исследовалась с помощью микротвердомера ПМТ-3 с использованием алмазной пирамиды Виккерса с углом при вершине 136° при нормальной нагрузке 100 г. Изначально образцы AISI 316L обладали твердостью около 240 кГ/мм<sup>2</sup>. Скорость износа определялась на триботестере в геометрии шар-диск. В качестве контртела использовался сапфировый шарик  $Al_2O_3$  диаметром 6 мм. Скорость скольжения составляла 100 мм/с, полная дистанция 500 м, радиус трека 4 мм для нагрузки 5 H, 6 мм для нагрузки 10 H и 8 мм для нагрузки 20 H.







Рис. 2. Распределение микротвердости по глубине образцов из нержавеющей стали AISI 316L (а), азотированных в системе без активного экрана (DCPN) и с активным экраном (ASPN). Скорость износа азотированных с активным экраном образцов (б).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2.а представлены профили распределения по глубине микротвердости на образцах, азотированных с помощью активного экрана и без него при разной длительности процесса. Азотирование с активным экраном обеспечивает более высокую твердость на поверхности и более высокую протяженность упрочненных слоев при одинаковой длительности процессов. Азотирование без активного экрана позволило увеличить твердость на поверхности образцов до 1000 кГ/мм<sup>2</sup>. Азотирование с активным экраном привело к увеличению твердости поверхности до 1200 кГ/мм<sup>2</sup>.

В обоих случаях увеличение длительности процесса привело к увеличению протяженности упрочненного слоя. При максимальной длительности 360 мин толщина

упрочненного слоя без активного экрана составила примерно 60 мкм, тогда как с активным экраном она составила 100 мкм.

На рис. 2.6 представлены результаты измерения скорости износа при разной длительности процесса азотирования с активным экраном. Исходные образцы обладали скоростью износа  $(3,9\div4,4)10^{-4}$  мм<sup>3</sup>·H<sup>-1</sup>·м<sup>-1</sup>. Азотирование позволило значительно повысить износостойкость. Минимальная скорость износа  $2,1\cdot10^{-5}$  мм<sup>3</sup>·H<sup>-1</sup>·м<sup>-1</sup> была получена после азотирования в течение 90 минут. Увеличение длительности азотирования приводит к повышению скорости износа, скорее всего, вследствие образования твердой фазы на поверхности образцов, участвующей в процессе трения и играющей роль абразива.

## выводы

В работе продемонстрировано, что азотирование нержавеющей стали марки AISI 316L может осуществляться в тлеющем разряде без применения водорода, как в системе с активным экраном, так и без него. Применение активного экрана позволяет увеличить скорость диффузии азота, в результате чего увеличивается протяженность упрочненного слоя, по сравнению с системой без активного экрана. Кроме того, обработка с помощью активного экрана обеспечивает более высокую твердость на поверхности.

Работа выполнена в рамках государственного задания Института сильноточной электроники СО РАН (№ ФВРМ-2021-0006)

## ЛИТЕРАТУРА

1. F. Dong, P. Zhang, J. Pang, D. Chen, K. Yang, Z. Zhang, Optimizing strength and ductility of austenitic stainless steels through equal-channel angular pressing and adding nitrogen element, Materials Science and Engineering, A 587 (2013) 185–191.

2. L. Lin, S. Chen, C. Wu, J. Hung, K. Ou, Microstructure and antibacterial properties of microwave plasma nitrided layers on biomedical stainless steels, Applied Surface Science, 257 (2011) 7375–7380.

3. T. Bell, Surface engineering of austenitic stainless steel, Surface Engineering, 18 (2002) 415–422.

4. A. Devaraju, A. Elaya Perumal, J. Alphonsa, S.V. Kailas, S. Venugopal, Sliding wear behavior of plasma nitrided austenitic stainless steel type AISI 316LN in the temperature range from 25 to 400 °C at 10–4 bar, J. Wear, 288 (2012) 17–26.

5. A. Martinavicius, G. Abrasonis, A. C. Scheinost, R. Danoix, F. Danoix, J. C. Stinville, G. Talut, C. Templier, O. Liedke, S. Gemming, W. Moeller, Nitrogen interstitial diffusion induced decomposition in AISI 304L austenitic stainless steel, Acta Materialia, 60 (2012) 4065-4076.

6. C.X. Li, Active screen plasma nitriding – an overview, Surface Engineering, 26(1-2) (2010) 135-141.

7. P. Hubbard, S. Dowey, E. Doyle and D. McCulloch, Influence of bias and in situ cleaning on through cage (TC) or active screen plasma nitrided (ASPN) steels, Surface Engineering, 22(4) (20130 243-247.

8. V. Oskirko, I. Goncharenko, A. Pavlov, A. Zakharov and V. Semenov, Influence of nitrogen pressure and electrical parameters of a glow discharge on the process of ion plasma nitriding of steel, Journal of Physics: Conference Series, 1393 (2019) 012111.

9. V. Oskirko, I. Goncharenko, A. Pavlov, A. Zakharov, S. Rabotkin and A. Grenadyorov, Active screen hydrogen free plasma nitriding steel, 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE) (2020) 745-749.