

УДК 617.089.844.77

*И. В. ФОМИХИНА¹, Ю. О. ЛИСОВСКАЯ¹,
Ю. Г. АЛЕКСЕЕВ², А. Ю. КОРОЛЕВ², В. С. НИСС²*

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СТАЛИ 12Х18Н10Т

¹*Институт порошковой металлургии НАН Беларуси,*
²*Белорусский национальный технический университет*

(Поступила в редакцию 01.11.2007)

Введение. Электролитно-плазменная обработка (ЭПО) как метод обработки металлических изделий в электролитах при повышенных напряжениях постоянного тока широко используется для полировки поверхностей деталей сложной формы. Вместе с тем ЭПО открывает новые возможности при формировании поверхностей изделий за счет избирательного травления (съема) металла с их различных зон при варьировании разными технологическими и электрическими параметрами. Циклическая знакопеременная подача электролита обеспечивает периодическое изменение направления и скорости потоков в рабочей зоне, способствует интенсивному удалению зоны оксидных частиц с обрабатываемой поверхности металла, увеличению скорости перемещения электролита относительно поверхности детали и активному управлению потоком парогазовых пузырей, а следовательно, возможности варьирования толщиной парогазовой оболочки как основным фактором, влияющим на интенсивность съема [1].

Основными механизмами полирования при ЭПО являются электрические разряды, ионно-химическое и ионное распыление образующихся окисных слоев. ЭПО проводят при напряжениях 250–400 В. Плотность тока составляет 0,15–0,4 А/см². У поверхности обрабатываемой детали формируется оболочка из пара и газа, которая «отжимает» электролит от поверхности детали и значительно увеличивает электрическое сопротивление в цепи [2].

В настоящей работе приводятся результаты рентгеноструктурного анализа тонких поверхностных слоев, исследования структуры методом просвечивающей электронной микроскопии, отмечаются закономерности влияния длительности ЭПО на структуру и свойства (микротвердость) обрабатываемых поверхностей.

Методика эксперимента. Исследовались образцы пластин стали 12Х18Н10Т после прокатки со степенью деформации 70% с последующей ЭПО в течение 0,5–20 мин.

Поскольку ЭПО воздействует на тонкие поверхностные слои, то, исходя из литературных данных [1, 2], проводилась прецизионная вырезка обработанных слоев с последующими одно-сторонними механическим и электролитическим утонениями. Для проведения электронно-микроскопических исследований структуры в просвечивающем электронном микроскопе образцы утонялись в электролите состава 640 мл Н₃РO₄ + 120 г Cr₂O₃ до образования отверстий с тонкими краями толщиной, прозрачной для электронов, составляющей порядка 0,1–0,2 мкм в следующем режиме: $U = 4 - 25 \text{ В}$, $t = 60 - 70 \text{ }^\circ\text{С}$, $I = 0,2 - 0,3 \text{ А}$, $\tau = 1 - 2 \text{ мин}$.

Исследования фазового состава и параметров тонкой структуры поверхности тонких слоев методом рентгеновской дифракции осуществлялись на дифрактометре общего назначения ДРОН-3.0 в CuK_α -монохроматизированном излучении. Для обработки и анализа полученных данных применялся пакет программ WinDif, включающий в себя программы сравнения графиков, разделения пиков и отделения K_{α_2} -дублетов, редактирования пиков по ширине, амплитуде

и угловому положению, изменения параметров спектра (сдвиг или сжатие), корректировки спектра (добавление или удаление линий).

Параметры тонкой кристаллической структуры рассчитывались по линиям (111), (220) и (400). Шаг съемки по углу составлял 0,05 град. [3]. Вычислительный алгоритм процедуры определения параметров тонкой структуры включал в себя следующие процессы:

предварительная обработка профиля с удалением дублетных линий CuK_{α_2} разделением наложенных линий, отсечением фона, поиском начала и конца дифракционного профиля, вычислением центра тяжести пика (рис. 1);

выделение функции физического уширения $\beta_{1/2}$, рад, определение коэффициентов Фурье профилей образца и эталона;

определение среднего размера областей когерентного рассеяния (ОКР) $D_{\text{эф}}$, Å;

вычисление величины относительной среднеквадратичной микродеформации (ОСМД) $\langle E^2 \rangle^{1/2}$ и плотности дислокаций в объеме кристалла ρ , см^{-2} .

Распределение ОСМД ($\langle E^2 \rangle^{1/2}$) в зависимости от расстояния в кристаллической решетке описывалось прямолинейной (плоскораспределенной микродеформацией, Pr), экспоненциальной (с хаотическим распределением дислокаций, E), степенной (с отсутствием хаоса и скоплением дислокаций в стенках, C) моделями.

Для выяснения атомно-кристаллической структуры (субструктуры), фазового состава и локальной кристаллографической ориентировки конкретных структурных составляющих применялся метод просвечивающей электронной микроскопии с расшифровкой картин микродифракции (электронограмм).

Съемка образцов осуществлялась на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Расчет электронограмм проводился по формуле Вульфа – Брегга

$$Dd = 2\lambda L,$$

учитывающей диаметры колец или точек электронограммы и межплоскостные расстояния в подобранных карточках ASTM.

Уточнение постоянной электронного микроскопа ($2\lambda L$) производилось по электронограмме с известными межплоскостными расстояниями d . По наименьшему диаметру D_{min} и максимальному межплоскостному расстоянию d_{max} одной из карточек ASTM определялась дифракционная постоянная $2\lambda L$, затем по остальным диаметрам – соответствующие им межплоскостные расстояния, которые сравнивались с межплоскостными расстояниями из данных карточек ASTM. При совпадении значений с точностью до второго знака после запятой расшифровка считалась законченной [4].

Микротвердость обработанных поверхностей измерялась на микротвердомере Micromet II фирмы «Buehler-Met» (Швейцария) с нагрузкой 50 г.

Результаты и их обсуждение. Проведение рентгенофазового анализа поверхностных слоев после различного времени обработки позволило определить фазовый состав, количественное содержание и преимущественную ориентировку α - и γ -фазы. Рентгенограммы сравнения образцов представлены на рис. 2.

Данные расшифровки фазового состава и их количественные соотношения приведены в табл. 1. Из нее видно, что ЭПО в течение 20 мин уменьшает количество α -фазы в поверхностном слое до 57% относительно прокатанного состояния, имеющего в своем составе 89% α -фазы, увеличивает количество γ -фазы от 11 до 43%. Время обработки от 0,5 до 20 мин в среднем уменьшает количество α -фазы в 1,3 раза, увеличивает количество γ -фазы в 1,5 раза.

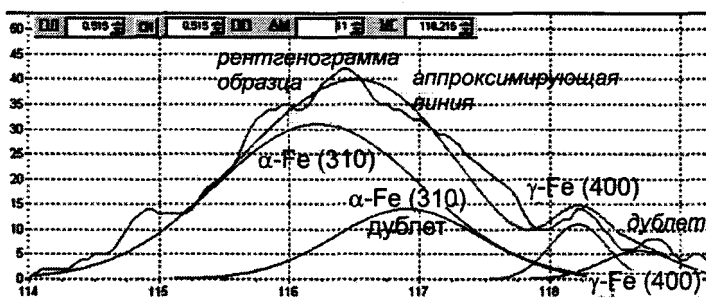


Рис. 1. Фрагмент рентгенограммы образца в интервале углов $2\theta = 114-119,5$ град после обработки в программе WinDif

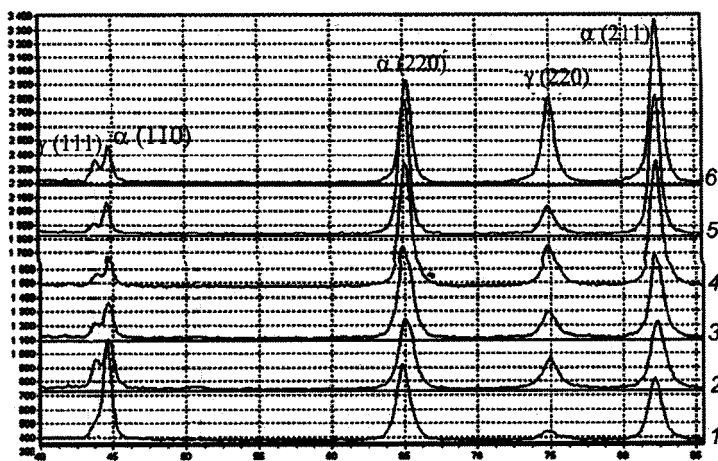


Рис. 2. Рентгенограммы сравнения образцов в интервале углов $2\theta = 40-85$ град по содержанию α -, γ -фаз и их преимущественной ориентировке от продолжительности ЭПО: 1 – прокатка, 2, 3, 4, 5, 6 – 0,5; 1; 3; 10; 20 мин соответственно

Таблица 1. Фазовый состав и преимущественная ориентировка фаз в зависимости от обработки

Номер образца	Обработка	α -фаза		γ -фаза	
		количество, %	ориентировка	количество, %	ориентировка
1	Прокатка	89	110	11	–
2	ЭПО 0,5 мин	73	200 211	27	220
3	ЭПО 1 мин	68	200 211	32	220
4	ЭПО 3 мин	70	211 200	30	220
5	ЭПО 10 мин	66	211 200	34	220
6	ЭПО 20 мин	57	211	43	220

При проведении ЭПО изменяется преимущественная ориентировка α -фазы, которая меняет ориентацию в плоскости прокатки [110] на ориентацию в плоскостях [200] и [211] при увеличении времени обработки от 0,5 до 10 мин и переориентируется в плоскости [211] при обработке в течение 20 мин. Ориентировка γ -фазы со временем обработки не меняется. Поскольку увеличение количества γ -фазы оказывает положительное влияние на физические свойства поверхностных слоев, подвергнутых электролитно-плазменной обработке, параметры тонкой структуры анализировались по этой фазе. На рис. 3 представлены рентгенографические профили сравнения линии (220) γ -фазы образцов по интегральному уширению.

В табл. 2 приведены результаты расчетов параметров тонкой структуры по интегральному уширению. Из нее видно, что при проведении ЭПО в интервале времени обработки 0,5–20 мин происходят зарождение и рост (8–12 нм) γ -фазы в направлении [220], уменьшаются плотность дислокаций ($1,52-0,78 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$) и относительная средняя микродеформация ($15,4-11,04 \times 10^{-4}$).

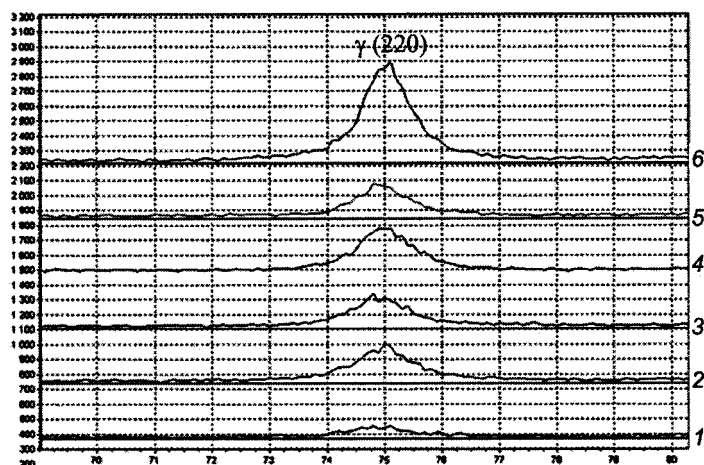


Рис. 3. Зависимость рентгеновских профилей линии (220) γ -фазы по интегральному уширению от времени ЭПО: 1 – прокатка, 2, 3, 4, 5, 6 – 0,5; 1; 3; 10; 20 мин соответственно

Т а б л и ц а 2. Параметры тонкой структуры

Номер образца	Обработка	Размер ОКР D_{ϕ} , А	Интегральная ширина линии β , град	Средняя ОСМД, $\times 10^{-4}$	Плотность дислокаций ρ , $1/\text{см}^2 \times 10^{10}$	Модель распределения, P , C , E
1	Прокатка	$110 \pm 9,95$	1,0208	15,43	1,52467	Степенная
2	ЭПО 0,5 мин	$111 \pm 7,28$	1,0012	15,35	1,48739	То же
3	ЭПО 1 мин	$79 \pm 7,28$	0,9169	15,1	1,45904	»
4	ЭПО 3 мин	$85 \pm 9,96$	0,8827	15,04	1,34899	»
5	ЭПО 10 мин	$111 \pm 7,28$	0,7555	13,92	1,23935	Эксп.-степ.
6	ЭПО 20 мин	$120 \pm 9,96$	0,6822	11,04	0,779763	Эксп.-степ.

Распределение ОСМД в прокатанном состоянии в зависимости от расстояния в кристаллической решетке описывается степенной моделью, характеризующейся отсутствием хаоса и скоплением дислокаций в стенках, ЭПО в течение 20 мин приводит к перегруппировке дислокационных ансамблей с уменьшением плотности дислокаций.

Структура образца после прокатки со степенью деформации 70% волокнистая с преобладанием текстуры прокатки [110]. Средний размер зерен-волокон составляет 15 мкм. Электронно-микроскопические исследования показали, что зерна фрагментированы, фрагменты размером 1 мкм

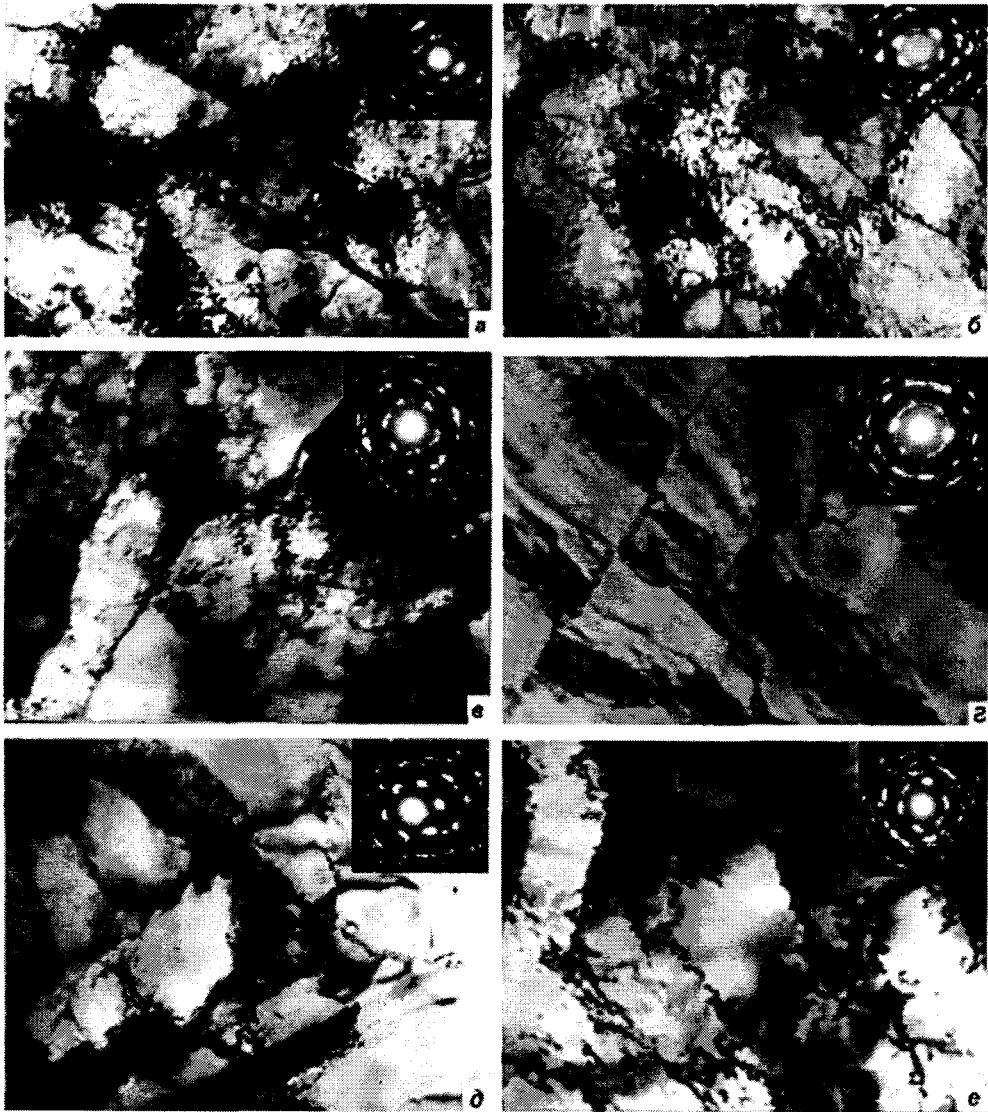


Рис. 4. Электронно-микроскопические фотографии структуры поверхностных слоев образцов пластин из стали 12Х18Н10Т после различного времени ЭПО, $\times 60000$: а – прокатка, б, в, г, д, е – 0,5; 1; 3; 10; 20 мин соответственно

в свою очередь разбиты на ячейки (ОКР) величиной порядка 10 нм. Стенки фрагментов и ячеек сформированы винтовыми и краевыми дислокациями с плотностью $\rho = 1,52 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ (рис. 4, а).

ЭПО продолжительностью 0,5–1 мин в целом не изменяет дислокационную картину, созданную прокаткой. Наблюдается незначительное уменьшение плотности дислокаций до $1,46 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. За счет $\alpha \rightarrow \gamma$ -перехода количество γ -фазы увеличивается до 30% при общем уменьшении размера ОКР в образце до 8 нм, что связано с зародышеобразованием γ -фазы при локальном разогреве, вызванном электролитно-плазменной обработкой (рис. 4, б, в).

При ЭПО в течение 3 мин происходит дислокационная перестройка с уменьшением плотности дислокаций до $1,34 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Дислокационные ансамбли скапливаются на границах ячеек γ -фазы, перемещаясь от границ фрагментов с образованием клубковых структур внутри них. Формируется переориентированная структура в направлении [220] с возросшим количеством γ -фазы (рис. 4, г).

При ЭПО в течение 10–20 мин высокоплотная пограничная дислокационная структура трансформируется в менее плотную структуру с единичными или изогнутыми дислокациями преимущественно краевой ориентации, размещающимися по границам ячеек. Происходит снижение плотности дислокаций до $0,8 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Количество γ -фазы увеличивается до 53%, размер ОКР – до 12 нм (рис. 4, д, е).

При ЭПО (20 мин) происходит увеличение толщины модифицированного слоя до 30 мкм (рис. 5, а) с уменьшением микротвердости в нем в среднем на 1000 МПа по сравнению с прокатанным состоянием. Микротвердость образца после прокатки составляет 3400 МПа, после 20 мин ЭПО – 2300 МПа. ЭПО (0,5, 1 мин) практически не влияет на изменение микротвердости поверхностного слоя (рис. 5, б).

Заключение. Методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии проведены исследования тонкой структуры и определение фазового состава поверхностных слоев пластин из стали 12Х18Н10Т после прокатки со степенью деформации 70% и последующей ЭПО с увеличением времени обработки от 0,5 до 20 мин.

В результате рентгенофазового анализа установлены состав, количественное содержание и преимущественная ориентировка α -фазы [06-0696] и γ -фазы [33-397]. Рентгеноструктурный анализ параметров тонкой структуры образцов показал, что при проведении ЭПО в интервале 0,5–20 мин происходят зарождение и рост (8–12 нм) γ -фазы в направлении [220] с увеличением ее количества до 53%, уменьшение плотности дислокаций ($1,52$ – $0,78 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$) и относительной средней микродеформации ($15,4$ – $11,04 \times 10^{-4}$).

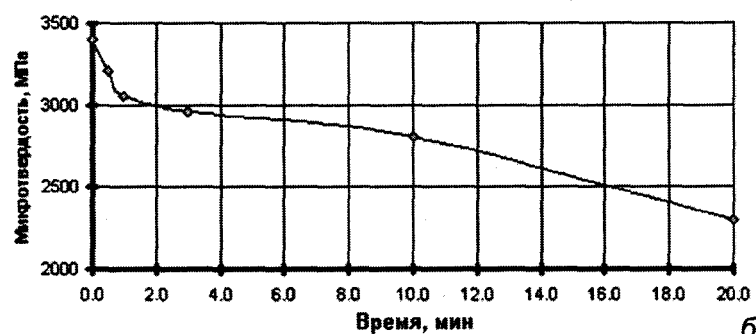
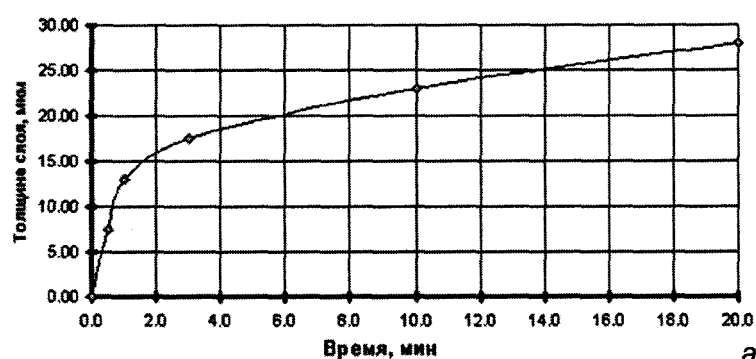


Рис. 5. Зависимости средней толщины (а) слоя и микротвердости (б) от продолжительности ЭПО

Распределение ОСМД в прокатанном состоянии в зависимости от расстояния в кристаллической решетке описывается степенной моделью, характеризующейся отсутствием хаоса и скоплением дислокаций в стенках, ЭПО в течение 20 мин приводит к перегруппировке дислокационных ансамблей с уменьшением их плотности дислокаций.

Электронно-микроскопические исследования показали, что при прокатке со степенью деформации

70% происходит ячеистая фрагментация зерен. Стенки фрагментов и ячеек формируются винтовыми и краевыми дислокациями.

При ЭПО в течение 0,5–20 мин изменяется дислокационная картина, созданная прокаткой: происходит дислокационная перестройка с уменьшением плотности дислокаций, дислокационные ансамбли скапливаются на границах ячеек γ -фазы, перемещаясь от границ фрагментов, с образованием клубковых структур внутри них. Высокоплотная пограничная дислокационная структура трансформируется в менее плотную структуру с единичными или изогнутыми дислокациями преимущественно краевой ориентации, размещающимися по границам ячеек.

В результате дюрOMETрического анализа установлено, что по сравнению с прокатанным состоянием значение микротвердости в модифицированном слое после ЭПО в течение 20 мин уменьшается в среднем на 1000 МПа. Микротвердость образца после прокатки составляет 3400 МПа, после 20 мин ЭПО – 2300 МПа. ЭПО в течение 0,5, 1 мин практически не влияет на изменение микротвердости поверхностного слоя. Толщина поверхностного слоя увеличивается от 5 до 30 мкм.

Литература

1. Киселев М. Г., Минченя В. Т., Есьман Г. А. Ультразвук в технологии машино- и приборостроения: Учеб. пособие. Мн., 2003.
2. Киселев М. Г., Минченя В. Т., Ибрагимов В. А. Ультразвук в поверхностной обработке материалов. Мн., 2001.
3. Уманский Я. С., Скаков Ю. А., Иванов А. Н., Расторгуев Л. М. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М., 1982
4. Гордиенко Л. К. Субструктурное упрочнение металлов и сплавов. М., 1980.

I. V. FOMIKHINA, Yu. O. LISOVSKAJA, Yu. G. ALEKSEEV, A. Yu. KOROLEV, V. S. NISS

INFLUENCE OF ELECTROLYTIC-PLASMA TREATMENT ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF SUPERFICIAL LAYER OF 12X18H10T STEEL

Summary

The influence of electrolytic-plasma treatment modes on structure, phase compositions, parameters of thin structure, microhardness of superficial layer of stainless steel 12X18H10T is investigated by the method of X-ray diffraction analysis, TEM research and microhardness.