Ким В. А., Башков О. В., Сатаева И. В.

V. A. Kim, O. V. Bashkov, I. V. Sataeva

ЛОКАЛЬНОЕ ЛАЗЕРНОЕ ЛЕГИРОВАНИЕ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т

LOCAL LASER ALLOYING OF STAINLESS STEEL 12H18N10T

Ким Владимир Алексеевич – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Материаловедение и технология новых материалов» Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, г. Комсомольск-на-Амуре, ул. Ленина, 27. E-mail: kmtnm@knastu.ru

Mr. Vladimir A. Kim – Doctor of Engineering, Professor of Materials and New Materials Technology Department, Komsomolsk-on-Amur Technical University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Komsomolsk-on-Amur, 27 Lenin str. E-mail: kmtnm@knastu.ru

Башков Олег Викторович – доктор технических наук, профессор, зав. кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов» Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, г. Комсомольск-на-Амуре, ул. Ленина, 27. E-mail: ckp@knastu.ru

Mr. Oleg V. Bashkov – Doctor of Engineering, Professor, Head of Materials and New Materials Technology Department, Komsomolsk-on-Amur Technical University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Komsomolsk-on-Amur, 27 Lenin str. E-mail: ckp@knastu.ru

Сатаева Ирина Владимировна – студентка магистратуры по направлению «Материаловедение и технология материалов» Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, г. Комсомольск-на-Амуре, ул. Ленина, 27. E-mail: irinka-93_93@mail.ru

Ms. Irina V. Sataeva – Master's Degree student major in Materials and Materials Technology, Komsomolsk-on-Amur Technical University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Komsomolsk-on-Amur, 27 Lenin str. E-mail: irinka-93_93@mail.ru

Аннотация. В статье приведены результаты исследований по локальному лазерному легированию нержавеющей стали 12Х18Н10Т, которая не поддается закалке, но широко используется в пищевой, химической, нефтеперерабатывающей промышленности и других областях. Легирование осуществлялось графитом, которое обеспечивало повышение содержания в стали углерода и увеличение поверхностной прочности. Показаны особенности структурных превращений, приводящих к упрочнению поверхностей, и характер распределения микротвердости по глубине модифицированного слоя.

Summary. The article presents the research of local laser alloying of stainless steel 12X18H10T. The steel resists quenching, but it is widely used in food, chemical, oil-processing and other industries. The alloying was carried out by graphite that provided carbon increase in steel and improvement of surface capacity. The article shows details of the structural transformations leading to surfaces hardening, and micro hardness spreading inside the modified layer.

Ключевые слова: нержавеющая сталь, закалка, легирование, лазерная обработка, углерод, микроструктура, дендриты, микротвердость.

Key words: stainless steel, quenching, alloying, laser processing, carbon, microstructure, dendrites, micro hardness.

УДК 621.74:669.131

Введение

Нержавеющая сталь аустенитного класса 12Х18Н10Т обладает высокими коррозионными свойствами и химической инертностью, поэтому широко используется в пищевой, фармацевтической, химической и нефтеперерабатывающей промышленности. Из этой стали изготавливаются не только технологические трубопроводы, сосуды и различные емкости, но и рабочие органы смесителей, режущих и дробильных аппаратов, которые в процессе эксплуатации подвергаются изнашиванию. Существенным недостатком этой стали является то, что она не поддается закалке из-за низкого содержания углерода и не может быть упрочнена технологиями, в которых используются концентрированные тепловые источники.

Эффективным способом поверхностного упрочнения и повышения износостойкости является локальное лазерное легирование, заключающееся в предварительном нанесении на упрочняемую поверхность обмазки определенного химического состава, а затем лазерном воздействии на нее. В зависимости от энергии лазерного излучения формирование поверхностных структур реализуется по различным алгоритмам, включающих образование новых химических соединений, диффузию химических элементов покрытия, конвекционные процессы массопереноса при образовании расплава, генерацию дефектов кристаллического строения, полиморфные превращения материала в зоне лазерного воздействия и др. [1; 2; 3]. Теоретические основы локального лазерного легирования достаточно исследованы и освещены в печати. Имеются обоснованные рекомендации по применению различных химических элементов и соединений в качестве легирующих обмазок, а также их эффективность с точки зрения повышения износостойкости, коррозионной стойкости, контактной прочности и т.п. [2]. Однако на сегодняшний день нет промышленно изготавливаемых легирующих обмазок, поэтому каждое заинтересованное предприятие само их производит, тем более, что на рынке имеются практически все необходимые для этого компоненты. Наиболее простой легирующей обмазкой является графитовая, состоящая из порошкового графита и клея.

В статье приведены результаты исследований по локальному лазерному легированию нержавеющей стали аустенитного класса с использованием графитовой обмазки для получения упрочненных поверхностных структур.

Методика исследования

Исследования проводились на квадратных образцах 40х40 мм толщиной 2,0 мм из нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Локальное лазерное легирование осуществлялось путем предварительного нанесения на обрабатываемую поверхность графитового покрытия и ее последующей лазерной обработкой. Графитовый порошок получали путем измельчения металлургических графитовых стержней. Легирующее покрытие представляет смесь порошкового графита и 5,0 % раствора канифоли в этиловом спирте. Покрытие наносилось тонким слоем, толщина которого после высыхания и часовой выдержки в сушильной камере при температуре 80 °С составляла 0,1...0,15 мм.

Лазерную обработку проводили на технологической установке LRS-300 с длиной волны инфракрасного излучения $\lambda = 1,06$ мкм и равномерном (прямоугольном) распределении плотности мощности на площади пятна воздействия. Упрочненная поверхность представляла совокупность параллельных полос, состоящих из пятен лазерного воздействия с коэффициентом перекрытия $k_{\pi} = 0,75$. Энергетические режимы лазерной обработки обеспечивались сочетанием напряжения накачки квантрона (U), длительности импульса (t) и диаметра пятна лазерного воздействия (d). Энергия излучения (W) измерялась датчиком, встроенным в конструкцию установки, а ее значение выводилось на монитор. Удельная энергия (E) и плотность мощности излучения (B) рассчитываются по формулам

$$E = \frac{4W}{\pi d^2}, \quad B = \frac{E}{t}.$$

Режимы лазерной обработки приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы лазерной обработки

Номер режима лазерной обработки	Напряже-ние накачки квантрона U , В	Длительность им-пульса t , мс	Энергия излу-чения W , Дж	Диаметр пятна лазерного воздействия d , см	Удельная энергия излучения E , Дж/см ²	Плотность мощности излучения $B \cdot 10^5$, Вт/см ²
1	450	0,5	2,4	0,19	89,69	1,69
2		1,0	6,4		225,84	2,26
3		2,0	15,0		529,32	2,65
4		3,0	23,0		811,62	2,71

Травление металлографических шлифов проводилось раствором глицерина, соляной и азотной кислоты в соотношении 4:4:3. Цифровое изображение микроструктуры фиксировалось с помощью металлографического микроскопа Nikon MA-200 при 1000-кратном увеличении. Обработка изображений осуществлялась программой Image.Pro.Plus.5.1, включающей коррекцию резкости и контрастности, калибровку в соответствии с кратностью увеличения и снятие контрастной маски. Структурная организация подповерхностного слоя количественно оценивалась следующими показателями: площадь (F_i) и периметр (P_i) каждого структурного объекта, а также их количество (N), зафиксированные на определенном участке металлографического шлифа площадью F_ϕ .

Исходя из предположения, что упрочнение материала связано с торможением подвижных дислокаций при пластической деформации, а наиболее активно блокирование дислокаций производится границами зерен и раздела фаз, в качестве комплексного показателя структурной организации была принята удельная длина границ, рассчитываемая по формуле [4; 5]

$$q_{уд} = \frac{\sum_{i=N} P_i}{F_\phi}.$$

Микротвердость определялась с помощью микротвердомера HNV-2 (Shimadzu Corporation) при нагрузке 0,49 Н. На основании многократных повторений вычислялись средние значения микротвердости и среднеквадратичное отклонение.

Результаты исследования

На рис. 1 приведены микроструктуры исследуемой стали в исходном состоянии и после импульсной лазерной обработки на режимах, приводящих к оплавлению поверхностного слоя. Микроструктура нержавеющей стали 12Х18Н10Т в исходном состоянии отличается однородностью, т.е. размер зерен между собой разнится незначительно. Наблюдаемая полосчатость и наличие двойниковых границ являются дефектами структуры, наведенными пластической деформацией при раскатке листового материала, которые полностью не устранились отжигом. Высокая плотность точечных образований указывает на присутствие в структуре дисперсных частиц, которые могли выделиться при отжиге.

Поверхностная микроструктура, полученная в результате импульсного лазерного воздействия, существенно отличается от исходной. Низкая плотность точечных структурных объектов указывает, что большинство легирующих компонентов находятся в растворенном состоянии и не подвергались в процессе охлаждения разложению. Поверхностная архитектура имеет четко различимые слои со своей структурной организацией. Верхний слой является результатом кристаллизации расплава, протекающего на фоне высоких скоростей охлаждения и градиентов температур, а слой, расположенный ниже, представляет зону термического влияния (ЗТВ). Учитывая, что температура полиморфных превращений исследуе-

мой стали лежит в области отрицательных значений по шкале Цельсия, в ЗТВ отсутствует закаленная мартенситная структура.

Рис. 1. Микроструктура нержавеющей стали 12Х18Н10Т: 1 – в исходном состоянии; 2 – после импульсной лазерной обработки при $E = 225,84 \text{ Дж/см}^2$

Структура, сформированная в результате кристаллизации расплава, состоит из двух подслоев. Самый верхний подслой состоит из мелких равноосных зерен, которые плавно переходят в вытянутые кристаллиты, ориентированные вдоль градиента температур. Вытянутые кристаллиты сменяются дендритами первого порядка, а далее следует ЗТВ. Между подслоем с равноосными и вытянутыми зернами и подслоем с дендритным строением четко выделяется граница раздела.

Характер кристаллизации расплава и образующаяся при этом структура определяются скоростью образования центров кристаллизации и скоростью роста кристаллов, которые в свою очередь зависят от динамических параметров теплового поля, таких как: скорость охлаждения, температура перегрева и градиент температуры. Зеренное строение самого верхнего слоя указывает, что в этой зоне процессы, связанные со скоростью роста кристаллов, преобладали над процессами, зависящими от скорости образования центров кристаллизации, а сама эта область относительно долго находилась в диапазоне высоких температур и была подвержена более низкой скорости охлаждения [6].

Дендритное строение следующего подслоя в значительной степени определяется градиентом температур. Наличие преимущественно дендритов первого порядка указывает на высокие скорости охлаждения и градиенты температур.

Лазерная обработка при отсутствии легирующего покрытия приводит к повышению удельной длины границ, и эта закономерность носит общий характер [6; 7]. Так, при энергии лазерного импульса $E = 225,84 \text{ Дж/см}^2$ происходит увеличение удельной длины границ с $q_{\text{уд}} = 0,2921 \text{ 1/мкм}$ до $q_{\text{уд}} = 0,7115 \text{ 1/мкм}$, но при этом повышение микротвердости сформированной структуры не наблюдается. Указанный факт можно объяснить тем, что свободная энергия границ, несмотря на их развитость, остается низкой, поэтому они не способны оказывать активное сопротивление скольжению подвижных дислокаций при пластической деформации. Слабая химическая активность структуры при травлении металлографического шлифа подтверждает это предположение [8]. Микротвердость структуры после лазерной обработки независимо от режимов излучения снизилась с $\text{HV} = 2500 \text{ МПа}$ до $\text{HV} = 2100 \dots 2300 \text{ МПа}$.

На рис. 2 приведены микроструктуры поверхностных слоев после локального лазерного легирования углеродом, полученных на различных режимах лазерного излучения. Несмотря на кажущееся разнообразие, все упрочненные поверхностные структуры имеют общее строение, состоящее из отдельных слоев, ширина которых зависит от режимов лазерной

обработки. Верхний слой имеет мелкодисперсное строение с преобладанием зерен равноосной, круглой и глобулярной формы, затем следует слой, состоящий из дендритов первого порядка, а далее располагается слой из дендритов с небольшими отростками второго порядка. Завершает слоистое строение зона термического влияния, плавно переходящая в структуру исходного материала. При формировании упрочненного поверхностного слоя на низких энергетических режимах лазерной обработки указанные слои имеют относительно небольшие толщины, и все они умещаются на одном снимке. Это повышает наглядность их восприятия (см. рис. 2(1)).

Рис. 2. Микроструктура упрочненного поверхностного слоя после лазерного локального легирования на различных режимах: 1 – $E = 89,69 \text{ Дж/см}^2$; 2 – $E = 225,84 \text{ Дж/см}^2$; 3 – $E = 529,32 \text{ Дж/см}^2$; 4 – $E = 881,62 \text{ Дж/см}^2$

Мелкодисперсные зерна самого верхнего слоя располагаются хаотично, не образуя никаких упорядоченных комбинаций. Это указывает на то, что формирование такой структуры происходило на фоне активных конвекционных процессов массопереноса, когда его температура была близка к температуре кипения расплава. Разная степень травления отдельных участков связана с неоднородностью распределения химического потенциала, вызванного неравномерной концентрацией углерода и других легирующих элементов. Такие участки хорошо просматриваются на рис. 2(2) и рис. 2(3).

Слой, состоящий из дендритов первого порядка, отличается структурной и химической однородностью. Дендриты первого порядка имеют четкую ориентацию вдоль градиентов температур, при этом наблюдается их группирование в упорядоченные комбинации со слабо выраженной общей границей. Каждое упорядоченное образование из дендритов первого порядка наследственно развивается из исходного аустенитного зерна, при этом граница

исходного зерна проецируется на границу упорядоченной дендритной комбинации. То, что все дендриты первого порядка ориентируются в одном направлении, указывает на высокую исходную температуру расплава, при которой произошло полное нарушение исходной кристаллографической ориентации, а на процесс последующей кристаллизации сильное влияние оказывали градиенты температур и направление тепловых стоков. Структура, состоящая из дендритов первого порядка, хорошо видна на рис. 2(1) и рис. 2(4).

Слой, состоящий из дендритов второго порядка, наследственно более тесно связан с исходной аустенитной структурой. Упорядоченные группы таких дендритов развиваются, как правило, в пределах исходного аустенитного зерна, поэтому они имеют разную ориентацию и четко выраженную общую границу раздела (см. рис. 2(3) и рис. 2(4)).

Микроструктура, сформированная в результате локального лазерного легирования, отличается низкой развитостью границ, но высокой свободной энергией. Последнее подтверждается высокой степенью травления металлографического шлифа. Округлые и глобулярные зерна обеспечивают низкую удельную длину границ, это же относится и к дендритам первого порядка. Дендриты второго порядка обеспечивают большую развитость границ, но учитывая, что отростки дендритов второго порядка имеют малые размеры, их вклад в развитость границ незначителен. Анализ показывает, что после лазерного локального легирования снижение удельной длины границ по сравнению с чисто лазерным воздействием составило более чем в два раза и достигло $q_{уд} = 0,2553...0,3817$ 1/мкм, хотя микротвердость существенно увеличилась.

Рис. 3. Распределение микротвердости в поверхностном слое после лазерного локального легирования: 1 – $E = 89,69$ Дж/см²; 2 – $E = 225,84$ Дж/см²; 3 – $E = 529,32$ Дж/см²; 4 – $E = 881,62$ Дж/см²

На рис. 3 показано распределение микротвердости по глубине поверхностного слоя, сформированного в результате локального лазерного легирования. Значения и характер распределения микротвердости наглядно раскрывают положительный эффект локального легирования и роль в этом процессе энергии лазерного излучения. Так, микротвердость исходной структуры в среднем составляла $HV = 2100...2500$ МПа, максимальная величина микротвердости после локального лазерного легирования возросла более чем в 4,5...5,0 раз. С повышением удельной энергии лазерного излучения и длительности импульса микротвердость

вначале увеличивается, а затем стабилизируется на уровне $HV = 9000 \dots 10000$ МПа, а глубина залегания упрочненного слоя монотонно возрастает.

При удельной энергии $E = 881,62$ Дж/см² и длительности импульса $t = 3,0$ мс наблюдается снижение микротвердости самого верхнего слоя. Этот слой относительно долго находился при высокой температуре, и это могло вызвать выгорание углерода или распад закаленной структуры. С повышением длительности лазерного импульса меняется сам характер распределения микротвердости по глубине. Если при малых значениях импульса распределение носит гиперболический характер, то с повышением t появляется максимум. Можно ожидать, что с дальнейшим повышением длительности лазерного импульса положение максимума микротвердости будет смещаться вглубь.

Положительная роль графитового покрытия проявляется не только как источника углерода, а также как светопоглощающего слоя. Это создает благоприятные условия для конвективного и диффузионного переноса углерода и образования карбидных фаз. Диффузионные процессы наиболее активно протекают по границам зерен, вдоль которых формируется карбидная фаза [9]. В результате чего свободная энергия границ возрастает и повышается их способность блокировать скользящие дислокации при пластической деформации.

Заключение

Локальное лазерное легирование с использованием графитового покрытия является эффективным и легко реализуемым способом упрочнения нержавеющей стали аустенитного класса 12X18H10T.

Поверхностная микроструктура, полученная в результате локального лазерного легирования, имеет слоистое строение, состоящее из подслоя, образованного жидкофазной закалкой, и зоны термического влияния, включающего участки твердофазной закалки. В структуре подслоя, сформированного из жидкой фазы, различаются отдельные зоны, отличающиеся характером кристаллизации, типом образующихся кристаллитов, упорядоченностью и ориентацией дендритов.

Значения микротвердости и характер ее распределения по глубине определяются режимами лазерного воздействия, при этом с повышением энергии лазерного излучения микротвердость самого верхнего слоя вначале возрастает и затем стабилизируется на уровне $HV = 9000 \dots 10000$ МПа, а глубина измененного слоя увеличивается.

Графитовое покрытие является не только источником углерода, вызывающего развитие закалочных структур, но и светопоглощающим слоем.

ЛИТЕРАТУРА

1. Взаимодействие лазерного излучения с металлами / А. М. Прохоров, В. И. Конов, И. Урсу, И. Н. Михэилеску. – М.: Наука, 1988. – 537 с.
2. Григорьянц, А. Г. Лазерная техника и технология. Методы поверхностной лазерной обработки / А. Г. Григорьянц, А. И. Сафонов. – М.: Высш. шк., 1987. – 191 с.
3. Поверхностная упрочняющая обработка с применением концентрированных потоков энергии / А. В. Белый, Е. М. Макушок, И. Л. Соболев, Г. Д. Карпенко. – М.: Наука и техника, 1990. – 78 с.
4. Кан Р. У. Физическое материаловедение / Р. У. Кан, П. Хаазен. – 3-е изд., перераб. и доп.; пер. с англ. – М.: Металлургия, 1987. – 640 с.
5. Ким, В. А. Количественные показатели структурной организации поликристаллических материалов / В. А. Ким, И. В. Белова, С. В. Золоторева // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 20014. – Т. 80. – № 4. – С. 43-46.
6. Ким, В. А. Лазерное упрочнение инструментальной стали SKD61 / В. А. Ким, А. В. Усатый, Ш. А. Каримов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2015. – № 1. – С. 15-20.
7. Ким, В. А. Структурные превращения при лазерной обработке армко-железа / В. А. Ким, М. С. Кочетков // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2015. – № 7. – С. 13-18.
8. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Брандон, У. Каплан. – М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
9. Мерер, Х. Диффузия в твердых телах / Х. Мерер; пер. с англ. – Долгопрудный: Издательский дом «Интеллект», 2011. – 536 с.