

## ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА УПРОЧНЕНИЕ И КАЧЕСТВО АЗОТИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

© 2017

**А.В. Макаров**, доктор технических наук,  
заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*  
*Институт машиноведения УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**Г.В. Самойлова**, аспирант  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**А.С. Мамаев**, кандидат технических наук, научный сотрудник  
*Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**А.Л. Осинцева**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

**Р.А. Саврай**, кандидат технических наук, заведующий лабораторией конструкционного материаловедения  
*Институт машиноведения УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**Ключевые слова:** аустенитная нержавеющая сталь; фрикционная обработка; мартенсит деформации; электронный пучок; плазма; микротвердость; шероховатость.

**Аннотация:** Актуальным является поиск эффективных способов упрочнения (при сохранении высокого качества поверхности) аустенитных хромоникелевых сталей – термически неупрочняемых и склонных к адгезии конструкционных материалов. В настоящей работе с использованием методов электронной сканирующей микроскопии, оптической профилометрии и микродюрометрии изучено влияние комбинированной обработки, включающей наноструктурирующую фрикционную обработку скользящим индентором в комплексе с азотированием в плазме электронного пучка при температурах  $T_A=300-500$  °С, на упрочнение, качество и шероховатость поверхности метастабильной аустенитной стали 04X17N8T. Для сравнения исследовали плазменное азотирование недеформированной крупнокристаллической стали. После предварительного наноструктурирования поверхности стали фрикционной обработкой при последующем азотировании при  $T_A=350$  °С установлен существенный рост толщины упрочненного слоя. Указанная температура является минимальной температурой эффективного азотирования как деформационно-наноструктурированной, так и крупнокристаллической стали. Предварительная деформационная обработка препятствует сильному росту шероховатости и ухудшению качества поверхности при азотировании вследствие подавления выделений по границам зерен и субзерен нитридных фаз, приводящих к «вспучиванию» поверхности недеформированной стали. Однако на поверхности стали, подвергнутой фрикционной обработке, азотирование при  $T_A=500$  °С вызывает интенсивный блистеринг и порообразование. Это обусловлено возникновением в диффузионно-активном наноструктурированном поверхностном слое при азотировании повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота. Снижение температуры азотирования от 500 до 350 °С способствует устранению блистеринга, порообразования, и, как следствие, уменьшению шероховатости (до  $Ra=0,1$  мкм) и улучшению качества поверхности азотированной стали, предварительно упрочненной фрикционной обработкой.

### ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные хромоникелевые стали находят широкое применение в нефтегазовой, химической, пищевой и других отраслях промышленности. Эти стали отличаются высокой коррозионной стойкостью и технологичностью, однако имеют ряд недостатков, к которым можно отнести склонность к адгезии при трении и низкие прочностные свойства. Указанные недостатки нельзя устранить термической обработкой. Эффективный рост твердости, износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости аустенитных хромоникелевых сталей достигается проведением азотирования [1]. Перспективно использование для упрочнения рассматриваемых сталей ионно-плазменного азотирования в плазме низкоэнергетического электронного пучка [2; 3]. Особый интерес представляет низкотемпературное плазменное азотирование при температурах менее 450 °С, которое приводит к формированию метастабильной  $\gamma_N$ -фазы пересыщенного твердого раствора азота, обладающей высокой твердостью (11–15 ГПа) и коррозионной стойкостью [2; 4–7]. При более высоких температурах азотирования в приповерхностном

слое стали формируются нитриды хрома. Это уменьшает поток атомов хрома к поверхности и приводит к потере способности формировать защитный оксидный слой и снижению коррозионной стойкости стали [8]. Поэтому актуальным является поиск способов повышения скорости диффузии азота в объем модифицируемого материала при низких температурах азотирования.

Скорость диффузии атомарного азота в объем материала зависит не только от температуры, элементного и фазового состава материала, но и от способа предварительной обработки поверхности [9]. Эффективность процесса низкотемпературного плазменного азотирования может быть повышена проведением предварительных деформационных наноструктурирующих обработок, в частности, обработки SMAT (*surface mechanical attrition treatment*) – ультразвуковой обработки шариками [10–12] или интенсивной дробеструйной обработки [13].

Практически значимым способом деформационной наноструктурирующей обработки поверхности является фрикционная обработка скользящими инденторами [14], которая может успешно применяться для упрочнения аустенитных сталей [15; 16] и рассматривается

в качестве финишной технологической операции при обработке хромоникелевых сплавов [17]. Наноструктурирование и интенсивное деформационное упрочнение поверхностного слоя аустенитной хромоникелевой стали при одновременном формировании низкой шероховатости поверхности достигается проведением фрикционной обработки индентором из синтетического алмаза в среде аргона [18] и комбинированными фрикционно-термическими обработками, предусматривающими проведение после фрикционной обработки отжига при температурах 450–650 °С [19].

Цель работы – изучить влияние комбинированной обработки, включающей наноструктурирующую фрикционную обработку скользящим индентором в комплексе с последующим низкотемпературным азотированием в плазме электронного пучка при температурах 300–500 °С, на упрочнение, качество и шероховатость поверхности стали 04X17H8T в сравнении с воздействием азотирования на соответствующие характеристики недеформированной крупнокристаллической стали.

#### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследовали коррозионностойкую аустенитную сталь 04X17H8T состава в масс. %: 0,04C; 16,77Cr; 8,44Ni; 1,15Mn; 0,67Si; 0,32Ti; 0,31Cu; 0,26Mo; 0,12Co; 0,12V; 0,04P; 0,03Nb; 0,005S. Образцы размером 40×20×10 мм вырезали из листовой стали методом электроискровой резки и подвергали закалке от 1100 °С с охлаждением в воде, механическому шлифованию, электролитическому полированию и фрикционной обработке. Фрикционную обработку проводили скользящим индентором из синтетического алмаза с радиусом полусферы  $R=3$  мм в безокислительной среде аргона, нагрузке на индентор  $P=294$  Н, одиночном сканировании индентором при смещении на 0,02 мм на каждый двойной ход возвратно-поступательного движения. Далее образцы подвергались химической очистке в ультразвуковой ванне в ацетоне в течение 10 минут и помещались в вакуумную камеру для последующей ионно-плазменной обработки. Азотирование проводили в плазме электронного пучка согласно методике, описанной в [3], в течение 4 часов при энергии электронов пучка до 200 эВ для температуры азотирования  $T_A=500$  °С и до 120 эВ для  $T_A=450–300$  °С. Изменение плотности ионного тока на поверхности образцов от 2 до 7 мА/см<sup>2</sup> обеспечивалось регулировкой тока электронного пучка в пределах 1,9–7,0 А.

Исследование поверхностей осуществляли на электронном сканирующем микроскопе Tescan VEGA II XMU. Шероховатость поверхности образцов изучали на оптическом профилометре Wyko NT-1100. Фазовый состав образцов определяли на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 в  $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Микротвердость поверхности образцов измеряли на приборе SHIMADZU HVM-G21DT при нагрузках 0,25–4,90 Н.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Как показали измерения микротвердости при нагрузке на индентор 0,25 Н (таблица 1), при температуре азотирования  $T_A=300$  °С наблюдается лишь относительно небольшое упрочнение тонкого поверхностного слоя

стали как в исходном электрополированном состоянии (от 180 до 300 HV 0,025), так и после фрикционной обработки (от 780 до 1000 HV0,025). Максимальное упрочнение тонкого поверхностного слоя до 1390–1460 HV0,025 достигается при  $T_A=350–450$  °С, а минимальная температура эффективного азотирования в плазме электронного пучка составляет  $T_A=350$  °С.

На рисунке 1 представлена зависимость микротвердости азотированной поверхности стали от глубины внедрения индентора Виккерса. Использование при измерениях микротвердости различных нагрузок на индентор Виккерса (от 0,25 Н до 4,90 Н) позволило анализировать слои с разной толщиной вследствие различной глубины проникновения индентора в материал.

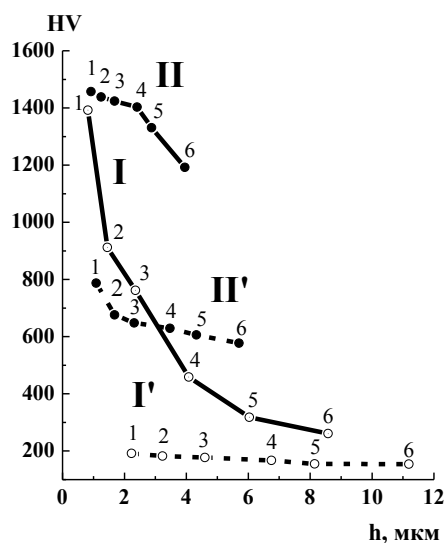
Видно, что у азотированной стали в исходном недеформированном состоянии увеличение нагрузки на индентор вызывает сильное снижение микротвердости вплоть до 260 HV0,5 (при нагрузке на индентор 4,90 Н) (см. рис. 1, кривая I). Это свидетельствует о малой толщине азотированного слоя у недеформированной стали. У подвергнутой фрикционной обработке и азотированной при  $T_A=350$  °С стали при увеличении нагрузки на индентор до 4,90 Н микротвердость не опускается ниже уровня 1190 HV0,5 (рис. 1, кривая II). После азотирования при  $T_A=350$  °С у подвергнутой фрикционной обработке стали с ростом нагрузки на индентор величина упрочнения снижается существенно менее интенсивно (см. рис. 1, кривая II), чем у электрополированной стали (см. рис. 1, кривая I). Рассмотренные результаты микродюрометрического исследования указывают на существенно более значительную глубину азотированного слоя в случае обработки аустенитной стали комбинированным способом, включающим проведение перед азотированием наноструктурирующей фрикционной обработки. Известно, что наличие повышенных коэффициентов диффузии азота у нанокристаллических материалов с большой протяженностью межзеренных границ [20; 21] позволяет увеличить скорость роста азотированного слоя на предварительно наноструктурированной поверхности [22; 23].

Дополнительным фактором, обуславливающим рост глубины азотированного слоя на образце, подвергнутом предварительной фрикционной обработке, является возникновение на поверхности исследуемой стали при фрикционном воздействии 95 об. %  $\alpha'$  мартенсита деформации (по данным рентгеноструктурного анализа). По сравнению с плотноупакованной ГЦК-кристаллической решеткой аустенита мартенситная фаза с менее плотноупакованной ОЦК-решеткой имеет более высокий коэффициент диффузии азота [24]. Важно подчеркнуть, что мартенсит деформации, сформированный на поверхности хромоникелевой аустенитной стали при фрикционной обработке, полностью сохраняется при нагреве до 450 °С [19].

Методом оптической профилометрии установлено (см. таблицу 1), что азотирование существенно ухудшает качество исходной электрополированной поверхности крупнокристаллической закаленной стали, имеющей шероховатость  $Ra=80$  нм: шероховатость возрастает до  $Ra=0,87–2,23$  мкм после азотирования при  $T_A=400–500$  °С и до  $Ra=0,27$  мкм – после азотирования при  $T_A=350$  °С. Это может быть обусловлено образованием в тонком поверхностном слое преимущественно по границам зерен и субзерен большого количества

**Таблица 1.** Влияние температуры азотирования в плазме электронного пучка  $T_A$  на микротвердость  $HV_{0,025}$  и среднеарифметическое отклонение профиля шероховатости поверхности  $Ra$  стали 04X17H8T

$T_A, ^\circ\text{C}$	Электрополировка + азотирование		Фрикционная обработка + азотирование	
	HV 0,025	$Ra, \mu\text{м}$	HV 0,025	$Ra, \mu\text{м}$
500	1210	0,88	1370	0,64
450	1430	2,23	1450	0,36
400	1450	0,87	1470	0,19
350	1390	0,27	1460	0,10
300	300	0,15	1000	0,09
Без азотирования	180	0,08	780	0,10



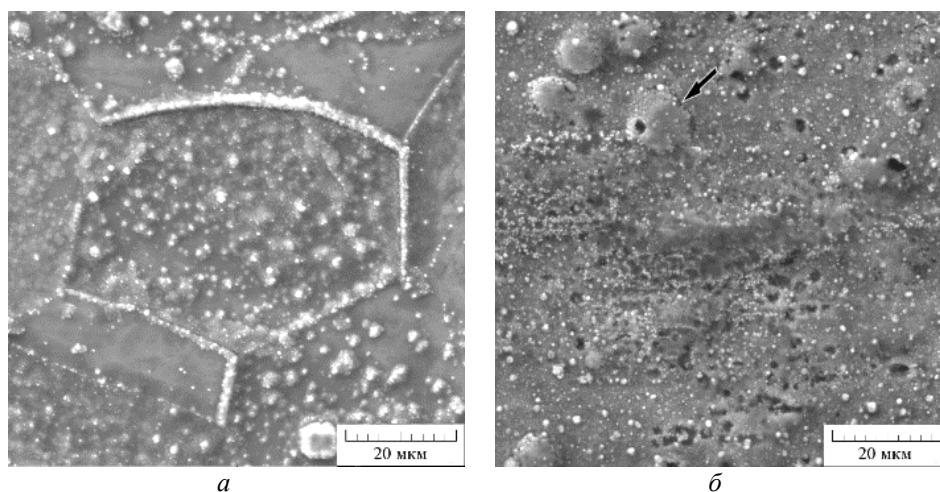
**Рис. 1.** Зависимости микротвердости  $HV$  поверхности стали 04X17H8T от глубины внедрения индентора Виккерса при нагрузках 0,25 Н (1), 0,49 Н (2), 0,98 Н (3), 1,96 Н (4), 2,94 Н (5) и 4,90 Н (6):  
 I – электрополировка + азотирование при  $T_A=350^\circ\text{C}$  (I' – электрополировка);  
 II – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=350^\circ\text{C}$  (II' – фрикционная обработка)

нитридных фаз, что приводит к деформации («вспучиванию», разворотам, сдвигам) крупных зерен и субзерен (см. рис. 2 а; 3 а, в). В литературе также отмечается формирование при ионно-плазменном азотировании своеобразной морфологии поверхности с большим количеством дефектов, образованных вследствие пластической деформации сдвига [25; 26]. При этом величина параметра шероховатости  $Ra$  возрастает с увеличением температуры обработки и может превышать 0,7 мкм [25], что считается неприемлемым в случае применения азотирования на финишном этапе обработки.

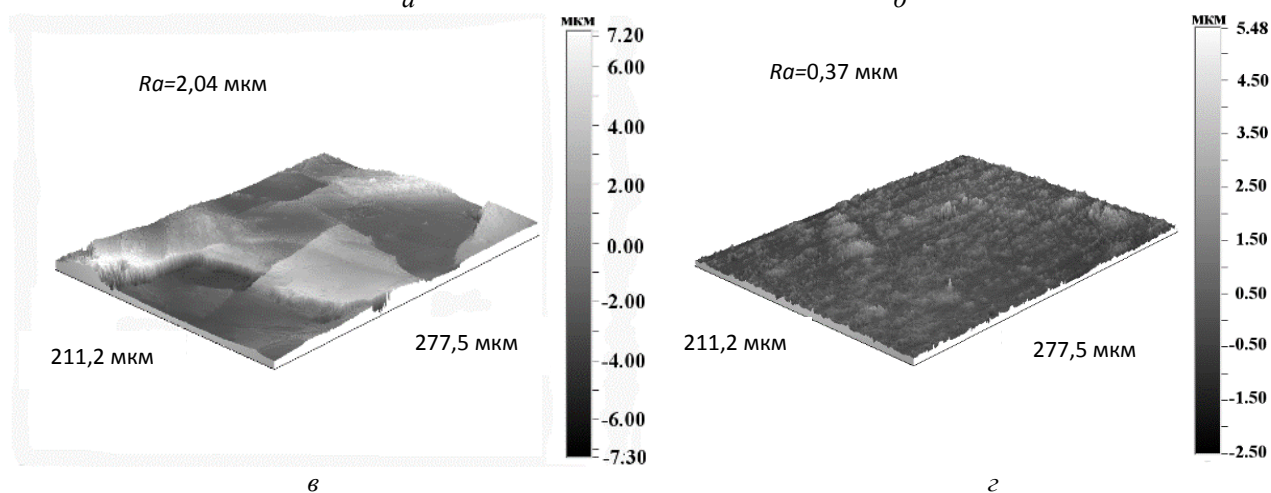
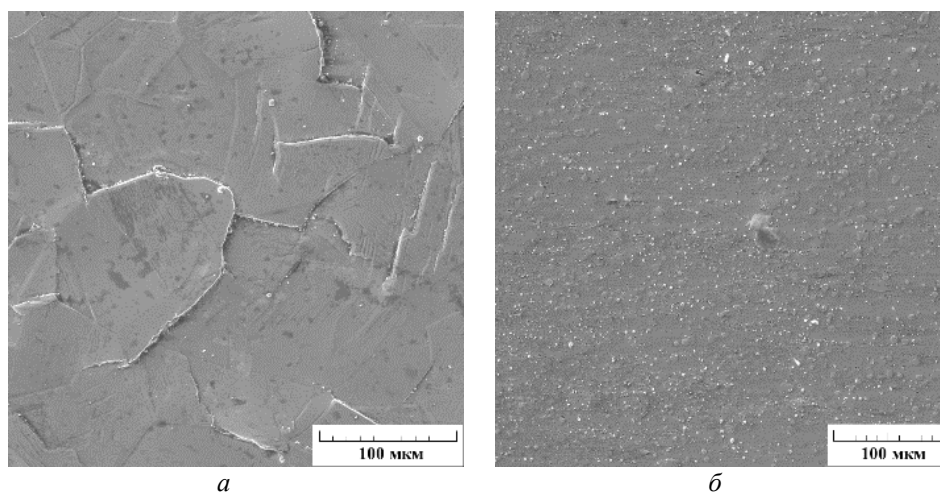
Из представленных в таблице данных следует, что предварительная (перед азотированием) наноструктурирующая фрикционная обработка скользящим индентором препятствует ухудшению качества поверхности, азотированной при всех температурах ( $T_A=300\text{--}500^\circ\text{C}$ ) (см. рис. 3 б). После азотирования наноструктурированной поверхности при температурах  $T_A=400\text{--}450^\circ\text{C}$  параметр шероховатости  $Ra$  возрастает от 0,10 мкм соответственно до 0,19 и 0,36 мкм (см. см. таблицу 1, рис. 3 г), в то время как у электрополированной крупнокристаллической стали параметр  $Ra$  после азотирования при

данных температурах возрастает соответственно до 0,87 и 2,23 мкм (см. см. таблицу 1, рис. 3 а, в). А азотирование при минимальных температурах  $T_A=300\text{--}350^\circ\text{C}$  и вовсе не сопровождается ростом шероховатости наноструктурированной поверхности (среднеарифметическое отклонение профиля шероховатости  $Ra$  как после фрикционной обработки, так и после азотирования при указанных температурах не превышает 0,1 мкм) (см. таблицу 1, рис. 4).

Рисунок 2 б показывает, что после азотирования при  $T_A=500^\circ\text{C}$  на поверхности, наноструктурированной фрикционной обработкой, не наблюдается характерного для азотирования крупнокристаллической стали «вспучивания» зерен вследствие их малых размеров. Однако на наноструктурированной поверхности после азотирования отмечается появление многочисленных пор и блистеров (округлых «вспучиваний»), характеризующихся разрывами металла. В результате блистеринга шероховатость поверхности стали после фрикционной обработки и азотирования при температуре  $T_A=500^\circ\text{C}$  лишь не на много меньше ( $Ra=0,64$  мкм), чем у недеформированной поверхности после азотирования



**Рис. 2.** Изображения на электронном сканирующем микроскопе поверхности стали 04X17H8T:  
 а – электрополировка + азотирование при  $T_A=500\text{ }^\circ\text{C}$ ;  
 б – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=500\text{ }^\circ\text{C}$



**Рис. 3.** Изображения на электронном сканирующем микроскопе (а, б) и трехмерные профилограммы (в, г) поверхности стали 04X17H8T:  
 а, в – электрополировка + азотирование при  $T_A=450\text{ }^\circ\text{C}$ ;  
 б, г – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=450\text{ }^\circ\text{C}$



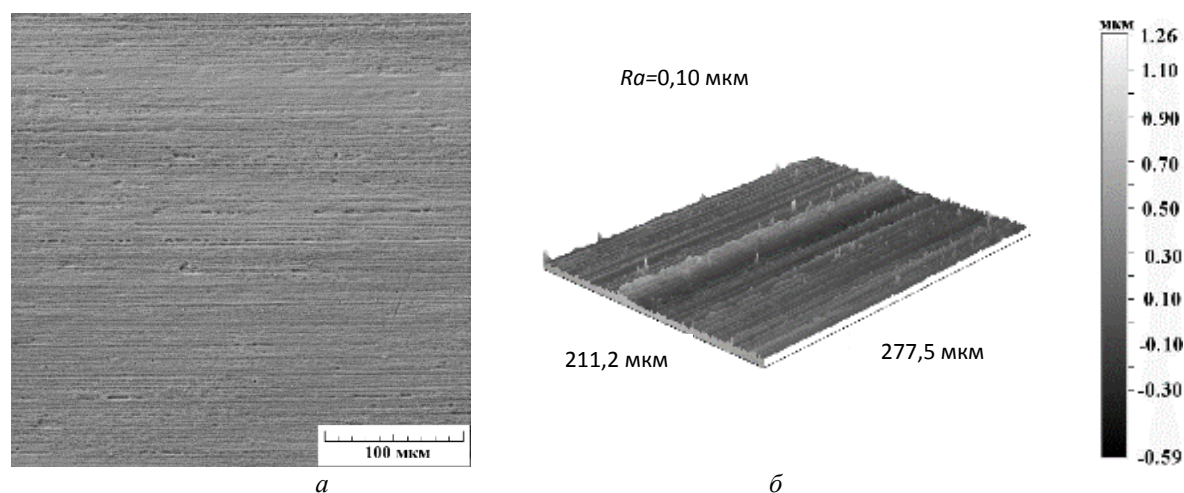


Рис. 4. Изображение на электронном сканирующем микроскопе (а) и трехмерная профилограмма (б) поверхности стали после фрикционной обработки и азотирования при  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$

( $Ra=0,88\text{ мкм}$ ) (см. таблицу 1). Блистеринг на наноструктурированной и азотированной поверхности свидетельствует об ускоренной диффузии в нее атомов азота, что приводит к формированию в поверхностном слое стали повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота.

Подобный механизм образования газовых полостей и блистеров в приповерхностном слое наблюдается и при имплантации больших доз ионов инертных газов (гелия или аргона) или при отжиге нержавеющей аустенитной стали 12X18H10T, предварительно облученной низкоэнергетическими альфа-частицами [27]. Пузыри из газообразного азота могут формироваться также под растущей оксидной пленкой, возникающей на поверхности азотированного слоя в результате высокотемпературного окисления [28]. Вызванное большими концентрациями азота и количества  $\epsilon$ -фазы «вспучивание» поверхностного слоя обуславливает его выкрашивание при последующей механической обработке, что должно отрицательно сказаться на износостойкости азотированного слоя [29].

Возникновение пор, трещин и других несплошностей металла в результате блистеринга не только ухудшает качество поверхности, но и ослабляет поверхностный слой, провоцируя его повреждения (на рис. 2 б стрелкой отмечена трещина, образовавшаяся в результате блистеринга). Понижение температуры от  $500\text{ }^\circ\text{C}$  до  $450\text{ }^\circ\text{C}$  при азотировании наноструктурированной поверхности стали обеспечивает снижение параметра шероховатости  $Ra$  от 0,64 до 0,36 мкм (см. таблицу 1). При этом блистеры исчезают полностью (см. рис. 3 б), количество пор снижается в 3 раза, а площадь поверхности, занимаемая порами, уменьшается с 3,7 % до 0,3 % [3]. При дальнейшем снижении температуры азотирования до  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$  удается практически полностью избежать порообразования и блистеринга на наноструктурированной поверхности (рис. 4 а), параметр шероховатости  $Ra$  которой составляет 0,1 мкм (см. таблицу 1, рис. 4 б). При этом на поверхности достигается повышенная твердость 1460 HV0,025 (см. таблицу 1) и глубина азотированного слоя (см. рис. 1, кривая II).

Следует отметить, что устранение блистеринга и порообразования может достигаться не только снижением температуры обработки, что существенно умень-

шает скорость роста упрочненных слоев [25], но и применением газоциклического азотирования [3; 30].

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлено, что предварительное наноструктурирование поверхностного слоя аустенитной хромоникелевой стали 04X17H8T фрикционной обработкой индентором из синтетического алмаза в среде аргона обуславливает существенный рост толщины слоя, упрочненного последующим азотированием в плазме электронного пучка при температуре азотирования  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$ . При снижении температуры азотирования до  $T_A=300\text{ }^\circ\text{C}$  эффективность упрочнения резко снижается.

Плазменное азотирование существенно ухудшает качество (приводит к росту шероховатости) исходной электрополированной поверхности крупнокристаллической закаленной стали вследствие образования преимущественно по границам зерен и субзерен большого количества нитридных фаз, что приводит к деформации («вспучиванию», разворотам) указанных зерен и субзерен.

Предварительная (перед азотированием) наноструктурирующая фрикционная обработка скользящим индентором препятствует ухудшению качества поверхности при плазменном азотировании. Однако после азотирования при  $500\text{ }^\circ\text{C}$  на наноструктурированной поверхности наблюдается интенсивный блистеринг и порообразование. Это свидетельствует об ускоренной диффузии азота в наноструктурированную поверхность, что приводит к формированию в поверхностном слое стали повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота.

Улучшение качества поверхности азотированной стали, упрочненной фрикционной обработкой (устранение блистеринга и порообразования, уменьшение шероховатости), достигается снижением температуры плазменного азотирования от  $500$  до  $350\text{ }^\circ\text{C}$ .

*Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по темам «Структура» № 01201463331 (проект № 15-9-12-45) и государственного задания ИМАШ УрО РАН по теме № 01201354598 при поддержке РФФИ, проект № 15-08-07947. Измерение микротвердости, электронная сканирующая микроскопия и профилометрия выполнены в ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.*

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Rolinski E. Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys // *Thermochemical surface Engineering of steels: Improving Materials Performance*. USA: Woodhead Publ., 2014. P. 413–457.
- Гаврилов Н.В., Меньшаков А.И. Низкотемпературное азотирование нержавеющей аустенитной стали в плазме электронного пучка при 400°C // *Физика и химия обработки материалов*. 2012. № 5. С. 31–36.
- Макаров А.В., Гаврилов Н.В., Самойлова Г.В., Мамаев А.С., Осинцева А.Л., Саврай Р.А. Влияние непрерывного и газоциклического плазменного азотирования на качество наноструктурированной поверхности аустенитной нержавеющей стали // *Обработка металлов (Технология, оборудование, инструменты)*. 2017. № 2. С. 55–66.
- Sun Y., Bell T. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitride 316 austenitic stainless steel // *Wear*. 1998. Vol. 218. P. 34–42.
- Menthe E., Bulak A., Olfe J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding // *Surface and Coatings Technology*. 2000. Vol. 133–134. P. 259–263.
- Liang W. Surface modification of AISI 304 austenitic stainless steel by plasma nitriding // *Surface and Coatings Technology*. 2005. Vol. 195. P. 81–84.
- Xu X., Yu Z., Wang L., Qiang J., Hei Z. Phase depth distribution characteristics of the plasma nitrided layer on AISI 304 stainless steel // *Surface and Coatings Technology*. 2003. Vol. 162. P. 242–247.
- Xi Y. T., Liu D. X., Han D. Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI420 stainless steel by low temperature plasma nitriding // *Applied Surface Science*. 2008. Vol. 254. № 18. P. 5953–5958.
- Gatey A.M., Hosmani S.S., Figueroa C.A., Arya S.B., Singh R.P. Role of surface mechanical attrition treatment and chemical etching on plasma nitriding behavior of AISI 304L steel // *Surface and Coatings Technology*. 2016. Vol. 304. P. 413–424.
- Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel // *Acta Materialia*. 2006. Vol. 54. № 20. P. 5599–5605.
- Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-temperature nitriding of nanocrystalline stainless steel and its effect on improving wear and corrosion // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2013. Vol. 22. № 5. P. 1304–1310.
- Chemkhi M., Reira D., Roos A., Garnier C., Waltz L., Demangel C., Proust G. The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel // *Surface and Coatings Technology*. 2013. Vol. 221. P. 191–195.
- Jayalakshmi M., Huilgol P., Bhat B.R., Bhat K. U. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening // *Materials and Design*. 2016. Vol. 108. P. 448–454.
- Макаров А.В., Коршунов Л.Г. Повышение твердости и износостойкости закаленных лазером стальных поверхностей с помощью фрикционной обработки // *Трение и износ*. 2003. Т. 24. № 3. С. 301–306.
- Бараз В.Р., Картак Б.Р., Минеева О.Н. Особенности фрикционного упрочнения аустенитной стали с нестабильной фазой // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2010. № 10. С. 20–22.
- Бараз В.Р., Федоренко О.Н. Особенности фрикционной обработки сталей пружинного класса // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. № 11. С. 16–19.
- Макаров А.В., Соболева Н.Н., Саврай Р.А., Малыгина И.Ю. Повышение микромеханических свойств и износостойкости хромоникелевого лазерного покрытия финишной фрикционной обработкой // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2015. № 4. С. 60–67.
- Макаров А.В., Скорынина П.А., Осинцева А.Л., Юровских А.С., Саврай Р.А. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12Х18Н10Т наноструктурирующей фрикционной обработкой // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2015. № 4. С. 80–92.
- Макаров А.В., Скорынина П.А., Волкова Е.Г., Осинцева А.Л. Наноструктурирующие комбинированные фрикционно-термические обработки аустенитной стали 12Х18Н10Т // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2016. № 4. С. 30–37.
- Gleiter H. Nanocrystalline materials // *Progress in Materials Science*. 1989. Vol. 33. № 4. P. 223–315.
- Lu K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties // *Materials Science and Engineering R—Reports*. 1996. Vol. 16. № 4. P. 161–221.
- Tong W.P., Tao N.R., Wang Z.B., Lu J., Lu K. Nitriding iron at lower temperatures // *Science*. 2003. Vol. 299. № 5607. P. 686–688.
- Tong W.P., Liu C.Z., Wang W., Tao N.R., Wang Z.B., Zuo L., He J.C. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer // *Scripta Materialia*. 2007. Vol. 57. № 6. P. 533–536.
- Balusamy T., Narayanan T.S.N. S., Ravichandran K., Park I.S., Lee M.H. Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment // *Materials Characterization*. 2013. Vol. 85. P. 38–47.
- Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Bacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature // *Surface and Coatings Technology*. 2005. Vol. 200. P. 2474–2480.
- Stinville J.C., Villechaise P., Templier C., Riviere J., Drouet M. Plasma nitriding of 216L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution // *Surface and Coatings Technology*. 2010. Vol. 204. P. 1947–1951.
- Кислицин С.Б., Верещак М.Ф., Манакова И.А., Озерной А.Н., Сапаев Д.А., Тулеушев Ю.Ж. Блистеринг и  $\alpha \leftrightarrow \gamma$ -превращения при отжиге стали 12Х18Н10Т, облученной низкоэнергетическими альфа-частицами // *Вопросы атомной науки и техники*. 2013. № 2. С. 17–22.

28. Kondo Y., Tanei H., Ushioda K., Maeda M., Abe Y. Effect of nitrogen on blister growth process during high temperature oxidation of steel // *ISIJ International*. 2012. Vol. 52. № 9. P. 1644–1648.
  29. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шпис Г.–И., Бемер З. Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991. 320 с.
  30. Белашова И.С., Шашков А.О. Кинетика роста диффузионного слоя при термогазоциклическом способе азотирования // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2012. № 6. С. 46–50.
- REFERENCES**
1. Rolinski E. Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys. *Thermochemical surface Engineering of steels: Improving Materials Performance*. Woodhead Publ., 2014, pp. 413–457.
  2. Gavriolov N.V., Menshakov A.I. Low temperature nitriding of stainless steel in electron beam plasma at 400°C. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2012, no. 5, pp. 31–36.
  3. Makarov A.V., Gavrilov N.V., Samoylova G.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Savray R.A. Effect of a continuous and gas-cyclic plasma nitriding on the quality of nanostructured austenitic stainless steel. *Obrabotka metallov (Tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2017, no. 2, pp. 55–66.
  4. Sun Y., Bell T. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitride 316 austenitic stainless steel. *Wear*, 1998, vol. 218, pp. 34–42.
  5. Menthe E., Bulak A., Olfé J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2000, vol. 133–134, pp. 259–263.
  6. Liang W. Surface modification of AISI 304 austenitic stainless steel by plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 195, pp. 81–84.
  7. Xu X., Yu Z., Wang L., Qiang J., Hei Z. Phase depth distribution characteristics of the plasma nitrided layer on AISI 304 stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 162, pp. 242–247.
  8. Xi Y. T., Liu D. X., Han D. Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI420 stainless steel by low temperature plasma nitriding. *Applied Surface Science*, 2008, vol. 254, no. 18, pp. 5953–5958.
  9. Gatey A.M., Hosmani S.S., Figueroa C.A., Arya S.B., Singh R.P. Role of surface mechanical attrition treatment and chemical etching on plasma nitriding behavior of AISI 304L steel. *Surface and Coatings Technology*, 2016, vol. 304, pp. 413–424.
  10. Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, no. 20, pp. 5599–5605.
  11. Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-temperature nitriding of nanocrystalline stainless steel and its effect on improving wear and corrosion. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2013, vol. 22, no. 5, pp. 1304–1310.
  12. Chemkhi M., Retraint D., Roos A., Garnier C., Waltz L., Demangel C., Proust G. The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 221, pp. 191–195.
  13. Jayalakshmi M., Huilgol P., Bhat B.R., Bhat K. U. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening. *Materials and Design*, 2016, vol. 108, pp. 448–454.
  14. Makarov A.V., Korshunov L.G. Improving hardness and wear resistance of laser hardened steel surfaces friction treatment. *Friction and Wear*, 2003, vol. 24, no. 3, pp. 301–306.
  15. Baraz V.P., Kartak B.P., Mineeva O.N. Special features of friction hardening of austenitic steel with unstable  $\gamma$ -phase. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 52, no. 9-10, pp. 473–475.
  16. Baraz V.P., Fedorenko O.N. Special features of friction treatment of steels of the spring class. *Metal Science and Heat Treatment*, 2016, vol. 57, no. 11, pp. 652–655.
  17. Makarov A.V., Soboleva N.N., Savray R.A., Malygina I.Yu. The improvement of micromechanical properties and wear resistance of chrome-nickel laser coating using the finishing friction treatment. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 4, pp. 60–67.
  18. Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A.L., Yurovskikh A.S., Savray R.A. Improving the tribological properties of austenitic 12Kh18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka metallov (Tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2015, no. 4, pp. 80–92.
  19. Makarov A.V., Skorynina P.A., Volkova E.G., Osintseva A.L. Nanostructuring combined frictional-thermal treatment of 12KH18N10T austenitic steel. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2016, no. 4, pp. 30–37.
  20. Gleiter H. Nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 1989, vol. 33, no. 4, pp. 223–315.
  21. Lu K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties. *Materials Science and Engineering R–Reports*, 1996, vol. 16, no. 4, pp. 161–221.
  22. Tong W.P., Tao N.R., Wang Z.B., Lu J., Lu K. Nitriding iron at lower temperatures. *Science*, 2003, vol. 299, no. 5607, pp. 686–688.
  23. Tong W.P., Liu C.Z., Wang W., Tao N.R., Wang Z.B., Zuo L., He J.C. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer. *Scripta Materialia*, 2007, vol. 57, no. 6, pp. 533–536.
  24. Balusamy T., Narayanan T.S.N. S., Ravichandran K., Park I.S., Lee M.H. Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment. *Materials Characterization*, 2013, vol. 85, pp. 38–47.
  25. Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Bacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, pp. 2474–2480.
  26. Stinville J.C., Villechaise P., Templier C., Riviere J., Drouet M. Plasma nitriding of 216L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution. *Surface and Coatings Technology*, 2010, vol. 204, pp. 1947–1951.

27. Kislitsin S.B., Vereschak M.F., Manakova I.A., Ozernoy A.N., Satpaev D.A., Tuleushev Yu.Zh. Blistering and  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  phase transition at annealing of stainless steel C12Cr18Ni10Ti irradiated by low energy alpha-particles. *Problems of atomic science and technology*, 2013, no. 2, pp. 17–22.
28. Kondo Y., Tanei H., Ushioda K., Maeda M., Abe Y. Effect of nitrogen on blister growth process during high temperature oxidation of steel. *ISIJ International*, 2012, vol. 52, no. 9, pp. 1644–1648.
29. Lakhtin Yu.M., Kogan Ya.D., Shpis G.-I., Bemer Z. *Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya* [Theory and technology of nitriding]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1991. 320 p.
30. Belashova I.S., Shashkov A.O. Kinetics of growth of diffusion layer in nitriding by the thermogasocyclic method. *Metal science and heat treatment*, 2012, vol. 54, no. 5-6, pp. 315-319.

## THE INFLUENCE OF PRELIMINARY DEFORMATION TREATMENT ON THE HARDENING AND QUALITY OF THE NITRIDED SURFACE OF AUSTENITE STAINLESS STEEL

© 2017

**A.V. Makarov**, Doctor of Sciences (Engineering),

Head of Department of Materials Science and Laboratory of Mechanical Properties

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*  
*Institute of Engineering Science, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**G.V. Samoylova**, postgraduate student,

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.S. Mamaev**, PhD (Engineering), researcher

*Institute of Electrophysics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.L. Osintseva**, PhD (Engineering), senior researcher

**R.A. Savray**, PhD (Engineering), Head of Laboratory of Constructional Material Science

*Institute of Engineering Science, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**Keywords:** austenitic stainless steel; frictional treatment; strain-induced martensite; electron beam; plasma; microhardness; roughness.

**Abstract:** The searching for the effective methods of hardening (when retaining the high surface quality) of austenitic chromium-nickel steels, which are thermally nonhardenable and liable to adhesion structural materials, is relevant. In this paper, using the methods of electronic scanning microscopy, optical profilometry and microdurometry, the authors studied the influence of combined treatment including the nanostructuring frictional treatment by applying the sliding synthetic diamond indenter in conjunction with the nitrogen hardening in the electron beam plasma at the temperatures between 300 and 500 °C, on the hardening, quality and roughness of AISI 321 metastable austenitic steel surface. To compare, the plasma nitrogen hardening of undeformed coarse-crystalline steel was studied. The preliminary steel surface nanostructuring by frictional treatment and further nitrogen hardening at the temperature of  $T_N=350^\circ\text{C}$  increase significantly the depth of hardened layer. This temperature is the minimum temperature of effective nitrogen hardening both of the deformation-nanostructured and the coarse-crystalline steel. The preliminary deformation treatment hinders the strong growth of roughness and prevents the surface quality deterioration during nitrogen hardening due to the inhibition of nitride phases precipitation on the grains and subgrains boundaries that lead to the “swelling” of the undeformed steel surface. However, the nitrogen hardening at the temperature of  $T_N=500^\circ\text{C}$  causes the intense blistering and pore formation on the steel surface previously processed by friction treatment. It is associated with the emergence of the increased amount of  $\epsilon$ -phase and gaseous nitrogen in the diffusion active nanostructured surface layer after the nitrogen hardening. The reduction of nitriding temperature from 500 to 350 °C promotes the elimination of blistering and pore formation, and, as a result, the reduction of roughness (up to  $R_a=0.1\ \mu\text{m}$ ) and the quality improvement of nitride steel surface prehardened by friction treatment.