

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ КАРБИДНЫХ И НИТРИДНЫХ ПОКРЫТИЙ, ОСАЖДЕННЫХ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ

В работе рассмотрены результаты исследования текстуры слоев из карбидов и нитридов титана, осажденных из газовой фазы на различные металлические подложки. В качестве подложек использовали стали 45, У8, ДИ23, 7ХЗ, 20Х13 и армко-железо.

Осаждение проводили на установке, включающей трубчатую печь (о 40, длина трубы — 1000 мм), баллоны с газами, реактор с $TiCl_4$. Рабочую смесь получали продувкой газов через $TiCl_4$. В качестве рабочих газов использовали азот чистотой 99,995, водород чистотой 99,999 и метан технической чистоты. Нагрев и охлаждение образцов проводили в азоте.

Исследование текстуры проводили на рентгеновском дифрактометре УРС-50ИМ со сцинтиляционной регистрацией в Co -излучении. Количественной характеристикой текстуры служила определяемая по методу Харриса полюсная плотность P_{hkl} (степень текстурованности), характеризующая отношение числа кристаллитов, ориентированных осью текстуры $[uvw]$ параллельно оси ориентировки текстуры к числу кристаллов с такой же ориентировкой в бестекстурном образце. В нашем случае за ось ориентировки была принята нормаль к фронту осаждения к поверхности образца.

Для случая аксиальных текстур с осью $[uvw]_T$ перпендикулярной поверхности образца, "ориентированные" кристаллиты располагаются параллельно поверхности плоскостью $(hkl)_T$, для которой кристаллографическая ось $[uvw]_T$ является нормалью. Заметим, что для кубической сингонии (TiC и TiN -структуры с ГЦК-решеткой) индексы плоскостей и нормалей к ним совпадают.

При использованной в современных дифрактометрах фокусировке по Бреггу-Брентано счетчик фиксирует отражения только от кристаллических плоскостей, параллельных исследуемой поверхности образца, поэтому предпочтительная ориентировка кристаллитов плоскостью $(hkl)_T$ параллельно поверхности должна была привести к аномальному усилению интенсивности интерференционной линии, соответствующей отражению от этой плоскости.

Величина P_{hkl} определялась из приближенного соотношения

$$P_{hkl} = \frac{I_{HKL}^T}{\sum I_{HKL_j}^T} \cdot \frac{\sum_1^n I_{HKL_j}^{б.т}}{I_{HKL}^{б.т}}, \quad (1)$$

где $I_{\text{HKL}}^{\text{T}}$ и $I_{\text{HKL}}^{\text{б.т}}$ — соответственно интегральные интенсивности отражений от анализируемой плоскости $(hkl)_{\text{T}}$ для исследуемого образца (с текстурой) и бестекстурного эталона; $\sum I_{\text{HKL}_j}^{\text{T}}$ и $\sum I_{\text{HKL}_j}^{\text{б.т}}$ — соответственно сумма интегральных интенсивностей всех интегрированных линий кристаллической фазы покрытия исследуемого образца и бестекстурного эталона.

При наличии предпочтительной ориентировки какой-либо плоскости $(hkl) P_{\text{hkl}} > 1$.

Следует иметь в виду, что сравнительная оценка степени текстурованности анализируемой фазы различными кристаллографическими плоскостями по абсолютному значению P_{hkl} неприемлема, потому что для каждой кристаллографической плоскости существует своя предельная величина P_{max} . Действительно, для данной кристаллической фазы величина

$\frac{\sum_1^n I_{\text{HKL}_j}^{\text{б.т}}}{I_{\text{HKL}}^{\text{б.т}}} = \text{const}$ (для данных условий съемки), а величина $I_{\text{HKL}}^{\text{T}} / \sum_1^n I_{\text{HKL}}^{\text{T}} \rightarrow 1$, так как для идеальной структуры $\sum_1^n I_{\text{HKL}_j}^{\text{T}} = I_{\text{HKL}}^{\text{T}}$. Тогда из

$$(1)$$

$$P_{\text{max}} = \sum_1^n I_{\text{HKL}_j}^{\text{б.т}} / I_{\text{HKL}}^{\text{б.т}} \quad (2)$$

Приведем значения P_{max} для некоторых плоскостей (hkl) TiN и TiC: (111) $P_{\text{max}} = 3,08$; (200) $P_{\text{max}} = 2,30$; (220) $P_{\text{max}} = 4,60$.

Представленные в табл. 1 результаты измерения P_{hkl} для наиболее плотноупакованных кристаллографических плоскостей (111), (100) и (110) решетки TiC показывают, что наиболее предпочтительной для всех исследованных подложек является текстура [100], лишь для наиболее низких температур осаждения 900° более вероятными являются ориентировки с осью [111]. С повышением температуры и времени осаждения степень текстурованности возрастает.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что обнаруженные текстуры — это текстуры роста, подчиняющиеся теории Косселя—Странского—Каишева. В первый момент осаждения на поверхности подложки образуются случайно ориентированные кристаллита-зародыши. В связи с анизотропией роста при дальнейшем росте кристаллиты, ориентированные наиболее плотноупакованными плоскостями параллельно фронту подвода атомов, находятся в более благоприятных условиях. Обладая наименьшей нормальной скоростью роста (в направлении нормали к поверхности), они обладают наибольшей скоростью широтного роста, что приводит к быстрому разрастанию таких кристаллов вширь и созданию преимущественной текстуры. Для ГЦК-решеток такими гранями в порядке уменьшения плотности запол-

Т а б л и ц а 1. Влияние температуры и времени осаждения
TiC-покрытий на Р_{НКЛ} кристаллографических
плоскостей (110), (100) и (110)

Интерференционная линия (111)								
	t _{ос} , °C	Материалы подложки						
		Fe-армко 45		У8	7Х3	ХВГ	ДИ23	20Х13
	1	2	3	4	5	6	7	8
τ = 2 ч	900	1,80	1,48	0	1,65	1,26	1,36	1,22
	950	0,65	0,73	1,21	1,06	144	1,01	1,01
	1000	0,65	0,61	1,05	0,20	1,66	0,201	1,12
τ _{ос} , ч								
t = 1000°C	1		0,41	1,27	0,27	1,89	0,79	0,88
	2	0,63	0,61	1,05	0,20	1,66	0,20	1,12
	3	0,23	3,08	0,23	0,07	0,16	0,06	1,27
Интерференционная линия (200)								
τ = 2 ч	t _{ос} , °C							
	900	0,95	0,81	1,0	0,76	1,36	0,91	0,71
	950	1,65	0,59	1,39	1,13	0,43	1,14	1,07
	1000	1,65	1,84	1,51	2,10	1,06	2,12	1,1
τ _{ос} , ч								
t = 1000°C	1	—	1,76	1,35	0,73	0,89	1,72	1,65
	2	1,65	1,84	1,51	2,10	1,06	2,12	1,10
	3	1,97	—	2,11	2,02	2,28	2,24	0,95
Интерференционная линия (220)								
τ = 2ч	t _{ос} , °C							
	900	0	0,812	0	0,59	0	0,73	0,38
	950	0,32	2,1	0	1,51	1,59	0,77	0,97
	1000	0,33	0,00	0,00	0,08	0,00	0,00	0,75
τ _{ос} , ч								
t = 1000°C	1	—	0,52	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	2	0,33	0,00	0,00	0,08	0,00	0,00	0,75
	3	0,16	0,00	0,00	0,05	0,00	0,00	0,04

нения являются кристаллографические плоскости (111), (100) и (110). Ясно, что с ростом толщины слоя (с увеличением времени и температуры осаждения) совершенство текстуры должно расти.

Но, видимо, осаждение карбидов и нитридов все-таки процесс более сложный и не всегда соответствует изложенному выше механизму. При осаждении на тех же подложках и при близких температурно-временных режимах нитрида титана TiN, имеющего такую же структуру и близкий период решетки ($a_{\text{TiC}} = 4,300\text{кХ}$ $a_{\text{TiN}} = 4,232\text{кХ}$), текстура слабо выражена, хотя следовало ожидать данных, аналогичных карбидному покрытию.

УДК 669.14.018.258–155.3

Л.А.Бондарь, О.Н.Розина, Т.В.Короткая

ВЛИЯНИЕ АЗОТИРОВАНИЯ НА СВОЙСТВА ШТАМПОВЫХ СТАЛЕЙ

В работе исследовалось влияние режимов азотирования на микротвердость, теплостойкость и износостойкость штамповых сталей для горячего деформирования. Исследование проводилось на образцах из теплостойкой стали 5ХЗВЗМФС (ДИ-23), полутеплостойкой стали 5ХНМ и новой штамповой стали 4ХСНМФЦР (ЦР).

Газовое азотирование велось по двум режимам: одноступенчатое (520°C , 40 ч) и двухступенчатое (520°C , 6 ч). До химико-термической обработки образцы подвергались улучшению. После азотирования проводилось охлаждение образцов на воздухе или вместе с печью.

Как показал дюрометрический анализ, максимальную твердость при минимальной глубине имеют азотированные слои наиболее легированной стали ДИ-23. Несколько ниже микротвердость этих слоев у стали ЦР. Минимальная твердость при максимальной глубине слоев у стали 5ХНМ (рис. 1, а, б, в, г).

Металлографический и дюрометрический анализы штамповых сталей, азотированных по разным режимам, показал, что при двухступенчатом режиме за время, меньшее в 2 раза, чем при одноступенчатом режиме, толщина слоя больше, но твердость несколько меньше. Охлаждение с печью при прочих равных условиях приводит к некоторому уменьшению микротвердости сталей ДИ-23 и ЦР. Некоторое повышение твердости происходит при увеличении скорости охлаждения после азотирования (Охлаждение на воздухе.)

Исследование теплостойкости показало, что понижение температуры азотирования (переход от двухступенчатого режима к одноступенчатому) ведет к повышению теплостойкости для всех 3 марок сталей.