

# 扩散处理对氮离子注入纯铁 摩擦学性能的影响\*

朱 昊 白 彬 陈元儒 周仲荣  
(西南交通大学摩擦学研究所 成都 610031)

**摘要:** 研究了  $N^+$  注入纯铁分别在 150 和 250 进行扩散退火后的摩擦磨损性能, 并根据 AES 和 SEM 分析结果对磨损机理进行了讨论. 结果表明, 经扩散处理后显微硬度提高, 摩擦系数降低, 耐磨性显著提高. 其原因在于扩散处理后氮化物和碳化物析出, 产生显著的弥散强化.  
**关键词:** 离子注入; 纯铁; 扩散处理; 摩擦磨损  
**分类号:** TG142.2      **文章标识码:** A      **文章编号:** 1004-0595(1999)01-0083-04

离子注入可有效改善金属材料的耐磨、抗腐蚀和抗疲劳等性能, 但注入层较浅(通常只有 100 nm), 且成本高. 通常加大注入能量与剂量、进行高温注入和注入后扩散处理可有效增加注入层深度. 离子注入对表面的强化主要源于材料表面合金化、辐照损伤、新相形成以及残余应力的影响等<sup>[1-3]</sup>, 对离子注入部件进行加热会产生原子的迁移扩散、辐照损伤区的回复和新相析出等现象. 此外, 在使用过程中, 尤其是在干摩擦条件下, 由于材料表面温度升高, 注入层的性质会发生明显变化. 因此开展扩散处理对离子注入层影响的研究十分重要.

## 1 试验部分

选用含铁 99.99% (以质量分数计) 的工业纯铁作为基体材料, 经真空扩散退火后进行  $N^+$  注入. 注入参数为: 剂量  $3 \times 10^{17} N^+ / cm^2$ ; 束流密度  $20 \mu A / cm^2$ ; 能量 100 keV. 将  $N^+$  注入后试样在空气中进行扩散退火, 退火温度分别为 150 和 250, 时间 1 h.

显微硬度在 Shimadzu Dataletty 型硬度计上测量, 载荷 0.245 N, 保压时间 30 s. 摩擦磨损试验在 DF-PM 型动静摩擦系数精密测定仪上进行, 摩擦偶件为  $\phi$  mm GCr15 钢球, 运动方式为单向滑动, 负荷 0.98 N, 速度 50 mm/min, 滑动距离 5.6 mm. 通过 Taylor Surf 6 型表面轮廓仪精确测定磨痕截面积并计算得出磨损率. 用光学显微镜和 Cam Scan 扫描电镜 (SEM) 观察磨痕上进行. 采用 PHI 650 型扫描俄歇探针 (SAM) 分析注入层的成分分布.

## 2 试验结果与分析

### 2.1 摩擦学试验结果

图 1 示出了扩散退火对  $N^+$  注入试样显微硬度和摩擦学性能的影响. 可见,  $N^+$  离子

\* 国家教委辐射物理及技术开放研究实验室资助项目(9602).

1998-10-10 收到初稿/本文联系人朱 昊

朱 昊 男, 博士生, 讲师, 主要从事材料表面工程和摩擦学的研究

注入使纯铁显微硬度从  $HV 92.5$  增加到  $HV 171.5, 150$  退火后硬度为  $HV 207.4, 250$  退火后硬度为  $HV 182.1$ , 较  $150$  退火时低; 扩散处理使离子注入试样的磨损率和摩擦系数降低, 其中在  $150$  退火的效果更显著. 未退火试样在  $120$  次磨损循环后离子注入效果开始消失(摩擦系数达到基体水平, 约  $0.65$ ), 而退火试样在  $360$  次循环时摩擦系数仍保持在

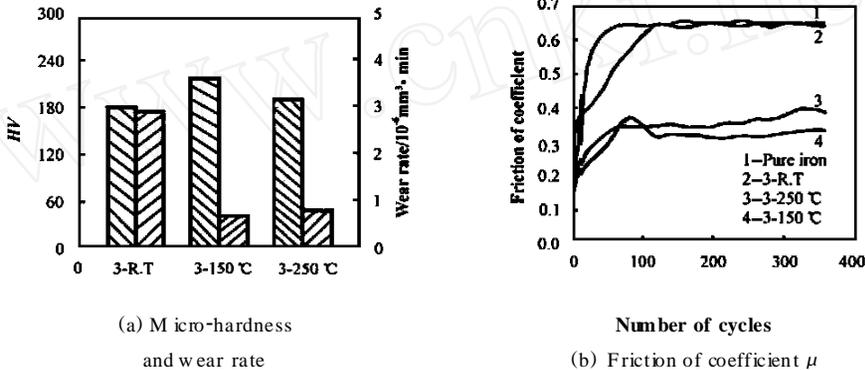


Fig 1 Effect of diffusion annealing on hardness and tribological properties of  $N^+$  ion implanted iron

图 1 扩散退火对氮离子注入纯铁试样硬度和摩擦学性能的影响

较低水平. 此外, 显微硬度与摩擦磨损性能之间存在较好的对应关系. 在光学显微镜和 SEM 下观察可以发现,  $N^+$  注入后试样磨痕呈现类似“轮胎印”的花样和犁沟, 表明磨损机制为粘着磨损和磨粒磨损; 退火后  $N^+$  注入试样的磨痕主要为平行的浅犁沟, 此时磨损机制主要为磨粒磨损. 这是由于辐射损伤使注入层产生了固溶、位错、晶界和弥散等强化效应<sup>[2]</sup>.

## 2.2 AES 深度分析

图 2 为  $N^+$  注入层中  $N$ 、 $C$  和  $Fe$  元素的 AES 成分深度分布. 可见, 注入的  $N^+$  在纯铁中呈高斯分布, 扩散处理使得  $N$  向基体内部扩散,  $N$  峰右移, 含  $N$  层厚度有所增加. 3 种试样改性层的表面富碳层厚度有明显差别[见图 2(b)], 在  $150$  退火时富碳层厚度最大.

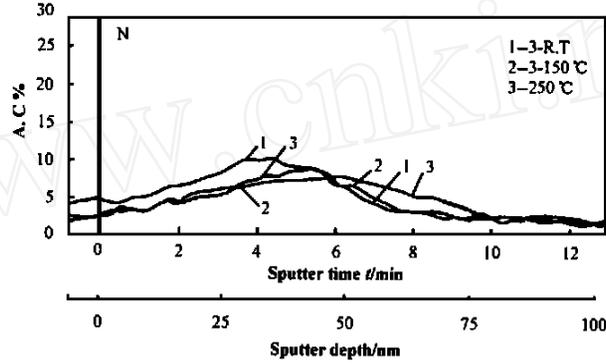
## 3 讨论

Kopcewicz 等<sup>[4,5]</sup>通过穆斯堡尔 (CEMS) 谱图研究发现,  $150$  退火后氮化物的组成为  $\epsilon(Fe_{3-x}N) + \epsilon(Fe_2N)$ ;  $250$  退火后其成分为  $\epsilon + \epsilon + \gamma(Fe_4N)$ ; 也有人在  $100$  退火时发现  $Fe_{16}N_2$  的形成<sup>[5]</sup>. 因此, 可以认为  $Fe_{16}N_2$ 、 $\epsilon$ 、 $\epsilon$ 、 $\gamma$  和  $Fe_x(C, N)$  等氮化物是产生弥散强化的重要成分. 虽然加热有利于注入层晶格畸变的回复, 但扩散退火使得析出得以充分进行, 所以退火后注入试样的磨损率显著降低, 磨损机制从粘着磨损转变为磨粒磨损.

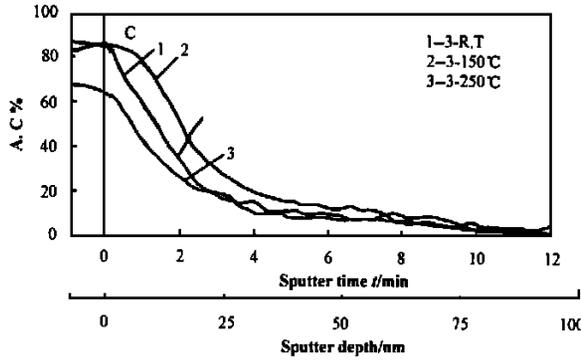
注入时形成的高过饱和  $N$  固溶体在扩散退火中形成氮化物, 结果  $N$  的扩散被钉扎, 因此图 2(a) 中只见  $N$  峰稍稍右移, 含  $N$  层厚度并未明显增加.  $150$  退火后试样的显微硬度、磨损率和摩擦系数较  $250$  退火后低, 这可能是由于在  $250$  退火时发生了  $\epsilon - \gamma$  的转变<sup>[6]</sup>, 从而降低了弥散强化效应; 这一点从  $250$  退火试样表面的含石墨和碳化物的富碳层厚度明显较小亦得到证实.

### 4 结论

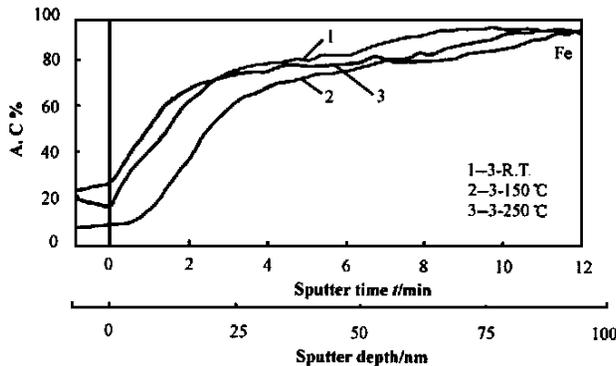
a 扩散退火可以提高N<sup>+</sup>注入纯铁材料的显微硬度和摩擦学性能, 并使磨损失效机



(a) N element



(b) C element



(c) Fe element

Fig 2 AES depth profile of carbon, nitrogen and iron elements in implantation layer

图 2 离子注入层中的碳、氮和铁元素浓度的AES深度分布

制从粘着磨损与磨粒磨损的混合形式转变为磨粒磨损

b N<sup>+</sup>注入纯铁经 150 退火后摩擦学性能比 250 退火后的略优



c  $N^+$  注入纯铁扩散退火后氮化物和碳化物析出, 产生显著的弥散强化, 从而降低磨损率和摩擦系数

### 参 考 文 献

- [ 1 ] 冶银平, 张绪寿. 离子束表面改性及其在摩擦学中的应用[J]. 摩擦学学报, 1992, 12(1): 8~ 17
- [ 2 ] McHargue C J. Ion implantation in metals and ceramics[J]. InterMet Review s, 1986, 31(2): 49~ 76
- [ 3 ] Sharkeev Y P, Kozlov E V, Didenko A N *et al*. The mechanism of the long-range effect in metals and alloys by ion implantation[J]. Surf Coat Technol, 1996, 83: 15~ 21
- [ 4 ] Kopcewicz M, Jagielski J, Turowski A *et al*. Phase transformations in nitrogen-implanted  $\alpha$ -iron[J]. J Appl Phys, 1992, 71: 4 218~ 4 226
- [ 5 ] Kikkawa S, Sugiyama H, Ohmura T *et al*. Formation of iron nitrides applying  $N^+$  ion implantation[J]. Vacuum, 1996, 47(6~ 8): 863~ 866
- [ 6 ] Kopcewicz M, Jagielski J, Gawlik G. The  $\epsilon$   $\rightarrow$   $\gamma$  transformation in N-implanted  $\alpha$ -Fe. Nucl Inst Meth Phys Res, 1995, B95: 208~ 212

## Effect of Diffusion Annealing on Tribological Properties of Pure Iron Implanted by Nitrogen Ion

Zhu Minhao Bai bin Chen Yuanru Zhou Zhongrong

(Tribology Research Institute South west Jiaotong University Chengdu 610031 China)

**Abstract:** The tribological properties of pure iron specimens which were implanted by  $N^+$  and annealed at 150 and 250 were studied. The wear mechanisms were discussed based on the analytical results of SEM and AES. The results showed that the micro-hardness of the specimens increased, and the friction coefficients and wear rate decreased greatly by the diffusion annealing.

**Key words:** ion implantation; pure iron; diffusion annealing; friction and wear

**Classifying number:** TG142.2