

Слайд 1

Уважаемый председатель, уважаемые члены государственной аттестационной комиссии!

Тема моей выпускной квалификационной работы – **«АНАЛИЗ НЕСТАБИЛЬНОСТИ НИТРИДОВ ЖЕЛЕЗА МЕТОДОМ ТЕРМОРЕНГЕНОГРАФИИ».**

Слайд 2

Итак, **целью** работы является проанализировать фазовые превращения в порошке Fe-N.

Задачи исследования представлены на слайде.

Слайд 3

Итак, материалом исследования в данной работе служил восстановленный до практически чистого железа порошок дробленого чугуна с развитой поверхностью и фракционным составом 50...200 мкм. Порошок технического железа был подвергнут операции азотирования в виброкипящем слое в среде диссоциированного аммиака при температуре азотирования 650 °С в течение 5-ти часов. В свою очередь, химико - термическая обработка проводилась в экспериментальной установке с виброкипящим слоем, схема которой приведена на. Установка представляет собой электропечь, обеспечивающую нагрев и изотермическую выдержку помещенной в нее рабочей части – герметичного контейнера, изготовленной из нержавеющей стали. Вибрация реторты обеспечивается механическим вибратором 02ВС-70, который приводится в действие электрическим мотором типа П - 22 посредством ременной передачи.

Слайд 4

Итак, основными методами исследования служили растровая электронная микроскопия, микрорентгеноспектральный анализ, рентгеноструктурный фазовый анализ. На рисунке приведен фрагмент графика нагрева азотированного порошка в температурной камере. Линейная аппроксимация графика нагрева позволила оценить среднюю скорость в 0,88 0С в мин.

Слайд 5

Таким образом, в настоящем исследовании использовался порошок системы легирования железо – азот, азотированный при температуре 650 °С в течение 5 часов. Общее содержание азота в порошке по результатам обобщения данных микрорентгеноспектрального и количественного рентгенофазового

анализов составило порядка 4 вес. % (поэтому далее порошок будет обозначаться как Fe - 4N)

Слайд 6

Итак, рентгеноструктурный анализ показал наличие в порошке трех фаз. Расчет дифрактограмм по методу Ритвельда позволил установить, что содержание фаз в азотированном порошке восстановленного железа составило: 31 вес. % - Fe; 59 вес. % - Fe₄N и 10 вес. % ϵ - Fe₂-3N. На рисунке приведена дифрактограмма исходного порошка системы легирования Fe – 4N.

Слайд 7

Далее терморентгенографические исследования порошка железа, подвергнутого азотированию при температуре 650 °С, 5 часов, показывают отсутствие каких-либо фазовых либо структурных превращений в диапазоне температур 30...400 °С. Для всех имеющихся фаз в указанном диапазоне температур наблюдается термическое расширение решетки, о чем свидетельствует смещение дифракционных максимумов в сторону меньших углов. Начиная с 400 °С наблюдается смещение дифракционных максимумов ϵ Fe₂-3N фазы в сторону больших углов, свидетельствующее об уменьшении параметров элементарной ячейки, что может являться результатом снижения содержания азота в данной фазе. Согласно работам Джека, плоскостями плотнейшей упаковки атомов азота в ϵ – фазе являются базисные плоскости, следовательно, повышение содержания азота приводит к увеличению параметра a и снижению степени тетрагональности c/a . Данный факт объясняет наблюдаемое более быстрое снижение параметра a по мере выхода азота с ростом температуры.

Слайд 8

Итак, анализ содержания азота в нитридных фазах прямыми методами в нашем случае использовать проблематично, поэтому пришлось использовать косвенный метод который бы включал в себя - дополнительную литературу, графики изменения параметров решетки для γ и ϵ фаз в зависимости от содержания азота, входящие в её содержание, были интерпретированы в программе Excel, и представлены в новом виде.

Слайд 9

Таким образом, благодаря этим графикам и построенной на них линии Тренда мы можем вывести уравнения для определения зависимости содержания азота от параметра решетки.

Слайд 10

Далее используя уравнения и экспериментально полученные данные параметра решетки мы можем построить графики зависимости содержания азота от температуры. Проведя анализ графика можем сделать вывод, что в диапазоне температур 30...480 °С наблюдается термическое расширение решетки, о чем свидетельствует увеличение содержания азота. Начиная с 480 °С, происходит снижение содержания азота в данной фазе свидетельствующее об уменьшении параметров элементарной ячейки. В диапазоне температур 480...630 °С фиксируется уменьшение интенсивности линий ϵ - фазы вплоть до их полного исчезновения при 630 °С с одновременным возрастанием интенсивности линий γ^* - фазы.

Слайд 11

Таким образом, на исходных границах ϵ/γ^* образуется слой нового γ^* - нитрида, растущий по направлению к внешней поверхности частиц за счет ϵ - фазы, содержание азота в которой должно повышаться. Увеличение температуры приводит к некоторому снижению содержания азота в аустените, что может быть связано с быстрым возрастанием доли γ^* - фазы. Объемы аустенита, прилегающие к γ^* - нитриду, увеличивают свой период вследствие диффузионного притока азота в интервале температур 555...640 °С. Данный факт подтверждается наблюдаемым в указанном температурной интервале снижением периода решетки. В то же время объемы аустенита теряют азот вследствие его выхода в атмосферу, что выражается в монотонном снижении периода решетки γ -фазы.

Слайд 12

Таким образом, мы получили следующие выводы:

1. Изучена структура и фазовый состав порошка на основе железа после химико-термической обработки азотирования в вакууме. Показано, что азотирование порошка чистого железа при 650 °С в течение 5 часов привело к появлению в структуре частиц оболочки ϵ - нитрида, слоя γ - Fe_4N и многофазной ($\gamma + \alpha$) центральной области. Общее содержание азота в материале составило порядка 4 вес.%.
2. С помощью метода терморентгенографии изучено протекание фазовых превращений при нагреве азотированного порошка в вакууме.

Слайд 13

Таким образом, Цель работы достигнута.

Спасибо за внимание! Доклад окончен.