

3Cr13 钢表面氟盐浴 TD 法 VC 涂层的制备及表征

张 洁¹, 蒋 力², 谢德明¹, 黎超文², 黄鹤飞², 李志军², 李晓丽²

(1. 浙江工业大学, 浙江 杭州 310032)

(2. 中国科学院上海应用物理研究所, 上海 201800)

摘 要: 采用 FLiNaK 氟化盐对 3Cr13 不锈钢表面分别进行不同时间的热反应沉积 (TD), 利用 X 射线衍射仪 (XRD)、电子探针 (EPMA)、扫描电镜 (SEM)、显微维氏硬度计研究了 VC 涂层的形貌、成分特征、表面硬度及其生长动力学。结果发现, 3Cr13 不锈钢的表面形成了 3~5 μm 厚的均匀致密的 VC 涂层, 表面呈花瓣状, VC 相中含少量的 Si 和 Fe 元素。VC 涂层的平均 (HV) 硬度高达 32 220 MPa, 其厚度与保温时间满足抛物线关系。VC 涂层表面几百纳米厚度存在不均匀分布的 SiO_2 , 表面呈龟裂状。主要是因为 SiO_2 的热膨胀系数大于 VC 涂层, 使得 SiO_2 在冷却过程中受到拉应力而发生龟裂。本研究首次表明低熔点高活性的氟化盐可以用于 TD 法制备 VC 涂层。

关键词: FLiNaK 氟化盐; 热反应沉积; 3Cr13 不锈钢; VC 涂层

中图分类号: TG174.44

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)07-2028-07

通过在材料表面引入抗磨损耐腐蚀的涂层一直是改善模具和刀具品质的有效手段。常用的涂层技术包括物理气相沉积 (physical vapor deposition, PVD)、化学气相沉积 (chemical vapor deposition, CVD) 和热反应沉积 (thermal diffusion carbide coating process, TD)。PVD 和 CVD 在工业中获得巨大的成功, 但也存在一些限制。例如, 为了获得足够的涂层厚度, CVD 技术往往采用较高的处理温度 (700~1200 $^{\circ}\text{C}$)^[1], 可能导致被处理件发生严重变形。PVD 涂层在较低的温度 (200~500 $^{\circ}\text{C}$) 下形成, 设备成本较高, 同时涂层与基体相互扩散的程度不够导致涂层附着力相对较弱。TD 处理通过高温扩散作用于工件表面形成金属碳化物涂层, 提高合金材料的耐磨性、耐蚀性、强度、硬度、以及抗疲劳性等综合性能, 可以有效解决模具表面拉伤问题, 具有设备简单、操作方便、投资少、强化效果明显等优点。但是, TD 技术获得涂层质量严重依赖所使用的盐浴成分, 盐浴的设计成为 TD 技术发展的主要方向之一。

TD 技术发明之初使用的是硼砂盐浴^[2], 具有设备简单、操作方便, 熔盐密度大、偏析小等优点, 但硼砂盐粘度大、流动性差、工件粘盐严重造成清洗困难, 高温下具有较强的腐蚀性, 对盐浴设备有强烈的腐蚀作用。为了克服上述问题, 进一步改善 TD 处理的工

艺, 相关研究者开发了多种成分的盐浴。如: Ulrich Baudis 等人^[3]提出一种中性盐浴方案, 采用 (50%~100%) 的 BaCl_2 加碱金属或碱土金属卤化物为基盐, (1%~30%) (质量分数) 的钒粉或钒铁合金粉为供钒剂。该盐浴流动性较好, 腐蚀性也较轻, 但存在挥发的问题。司兆维^[4]将中性盐加到硼砂盐中研究了混合盐浴的工艺方法, 该盐浴同样具有高流动性和轻腐蚀性的优点。1988 年, T. Arai 等人^[5]研究了低温氯化物盐浴渗钒法, 可以在 600 $^{\circ}\text{C}$ 以下处理获得 V(C, N)、 $\text{V}_2(\text{C}, \text{N})$ 和铁钒碳氮化合物的复合涂层, 该涂层具有良好的抗咬合和耐磨性能。由此可见, 获得高的流动性和低的处理温度的盐浴是 TD 技术的重要发展方向。

值得注意的是, FLiNaK 氟化盐具有很大的液态区间 (熔点: 454 $^{\circ}\text{C}$, 沸点: 1570 $^{\circ}\text{C}$)^[6], 这为防止工件受热变形或者避免合金相变提供了足够的操作空间。同时, FLiNaK 氟化盐在高温下蒸气压低, 不易挥发, 粘度低 (与水相当), 流动性好^[7]。FLiNaK 氟化盐的这些显著的优点促使相关研究者开展了一系列采用氟盐作为介质的电化学沉积实验, 成功地在合金表面形成了 Mo_2C 、 Ta_2C 、 W_2C 和 TiB_2 涂层^[8,9]。FLiNaK 氟化盐独特的物理性质及其在电化学沉积中的成功应用说明这种盐可能应用于 TD 处理, 获得优质涂层。

3Cr13 钢在弹簧、汽轮机叶片等部件上有着重要的

收稿日期: 2016-07-15

基金项目: 中国科学院战略性先导科技专项 (XDA02004210); 国家重点研发计划 (2016YFB0700404); 国家自然科学基金项目 (51371188, 51501216); 浙江省自然科学基金资助项目 (LY13E010003)

作者简介: 张 洁, 男, 1990 年生, 硕士生, 浙江工业大学材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310032, E-mail: zhangjie2015@sinap.ac.cn

应用, 其表面防护技术的发展受到研究者的重视^[10,11]。因此, 本研究采用 FLiNaK 氟化盐作为基盐, V₂O₅ 作为供钒剂, 在 3Cr13 钢表面进行 TD 处理, 以获取 VC 涂层。对所获得涂层表面和截面形貌进行观察, 对物相进行表征, 并对不同渗钒时间涂层厚度的生长规律进行了分析, 拟为氟盐浴 TD 处理技术提供有益的理论依据。

1 实 验

实验选择盐浴组成(质量分数, %): 基盐 FLiNaK (化学组成 LiF-NaF-KF 质量分数分别为 29.2%、11.7%、59.1%) 为 86%, 供钒剂 V₂O₅ 为 10%, 还原剂硅粉和碳化硼为 4%。实验所用基体材料为 3Cr13 钢, 其化学成分如表 1 所示。试样尺寸为 20 mm×20 mm×5 mm。

盐浴渗钒处理前将待渗试样表面依次使用 400#、800#、1200#、2000#砂纸打磨至光滑, 然后经乙醇超声清洗备用。由于水汽和氧气的渗入会显著增加 FLiNaK 氟化盐对合金的腐蚀效果^[12], 需要在充 Ar 气的手套箱中将配制好的浴盐和试样放入不锈钢盐浴罐中并进行焊接密封。将密封好的盐浴罐放入 G2-1.8-10 型井式坩埚电阻炉中, 盐浴温度为 900 °C, 盐浴渗钒处理时间分别为 10、24、48、90 h。盐浴处理完成后, 随炉冷却至室温。为了去除表面粘结的盐, 先用 1 mol/L 的 Al(NO₃)₃ 溶液浸泡 30 min, 再用去离子水浸泡 30 min, 最后用去离子水超声清洗 15 min。

采用 D/max-2550 型 X 射线衍射仪 (XRD, Cu 靶) 分析涂层物相, 电压为 40 kV、电流为 40 mA, 扫描范围 2θ 为 30°~90°, 扫描步长为 0.02°。采用岛津 EPMA-1720 型电子探针, HITACHIS-3400N 型场发射扫描电镜及其配备的电子能谱仪观察试样表面、截面形貌并进行能谱分析, Zwick/Roell ZHV μ-S 显微维氏硬度计对涂层表面进行硬度测试。

2 结果与分析

2.1 涂层的 XRD 分析

图 1 是 3Cr13 不锈钢在原始态下以及 900 °C 盐浴渗钒处理 10、24、48、90 h 后所得涂层的 XRD 图谱。XRD 图谱显示原始态下 3Cr13 合金组织中主要包含 α-Fe 基体和少量的 M₇C₃ 碳化物, 与相关文献中报

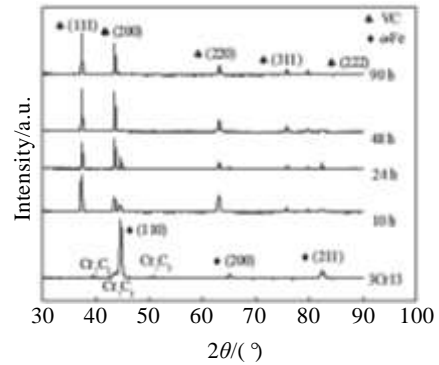


图 1 在 900 °C 盐浴渗钒处理不同时间的 3Cr13 不锈钢涂层的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of 3Cr13 stainless steel with salt bath vanadizing treatment at 900 °C for different time

道的结果一致^[13,14], 而渗钒处理后生成的涂层组织为 VC。当渗钒处理 10 h 时, 主要的 VC 特征峰都已出现且峰强度已超过基体 α-Fe 的特征峰, 说明涂层此时已有一定厚度。当渗钒处理 24 h 时 VC (2 0 0) 与基体 α-Fe(110)衍射峰强度比值增大, 同时基体 α-Fe 衍射峰强度减弱, 说明涂层厚度在增加。当渗钒处理 48、90 h 时, 基体 Fe 特征峰已基本消失, 说明涂层厚度增加到 X 射线无法穿透涂层的程度。分别计算 4 个处理时间下所得 VC 的晶格常数为 0.41613~0.41539 nm, 与 PDF 标准卡片 65-8074 的值 0.4164 nm, 有微小程度的减小。

对不同渗钒处理时间下所得涂层的 2 个择优取向峰(111)和(200)^[15,16]的强度值进行归一化处理计算 I₍₁₁₁₎/I₍₂₀₀₎ 比值并以比值与渗钒处理时间做图, 如图 2 所示。数据表明, 当渗钒处理 10 h 时 I₍₁₁₁₎/I₍₂₀₀₎ 比值

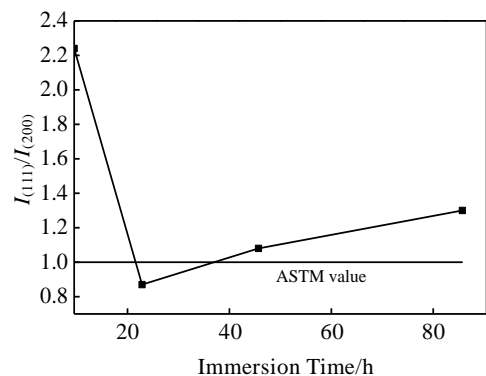


图 2 在 900 °C 下 3Cr13 钢涂层的 I₍₁₁₁₎/I₍₂₀₀₎ 与盐浴渗钒处理时间的关系

Fig.2 Relationships between I₍₁₁₁₎/I₍₂₀₀₎ of VC coating grown on 3Cr13 steel specimens and salt bath vanadizing treatment at 900 °C for different time

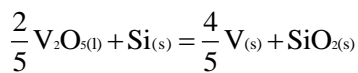
表 1 3Cr13 不锈钢的化学成分

Table 1 Chemical composition of 3Cr13 stainless steel (wt%)								
Elements	C	Si	Mn	Cr	Ni	P	S	Fe
Content	0.318	0.358	0.422	12.8	0.2	0.01	0.01	85.882

较大,证明该时间段 VC 晶粒择优取向为(111)。随着时间延长比值迅速下降接近 ASTM 标准值(比值为 1.0),证明新的 VC 晶粒的生长随着厚度的增加不再具有择优取向。本研究中所体现的取向特征与前期文献报道 SDC99 钢表面 VC 的结果一致^[17]。

2.2 涂层表面和截面的形貌观察及能谱分析

盐浴渗钒处理后,典型的涂层表面形貌如图 3 所示。涂层表面不同位置处的形态有所不同,存在花瓣状(图 3a),花瓣状+轻微龟裂状(图 3b),龟裂状+轻微花瓣状(图 3c)和龟裂状(图 3d)。在图 3a 中的局部放大图中依然可以发现龟裂的现象。为了研究不同形态的涂层的成分和组织特征,选择同时包含以上形态的位置处进行能谱分析,如图 4 所示。花瓣状涂层上明显存在 V 和 C 元素的富集,结合 XRD 分析结果可以推断其为 VC 相。与之形成对比的是,龟裂状涂层上则明显富集着 Si 和 O 元素。盐浴中的还原剂硅粉与供钒剂 V₂O₅ 存在如下反应:



在 900 °C 下该反应的吉布斯自由能 $\Delta G = -280.38 \text{ kJ}^{[4]}$,反应能自发进行。结合龟裂涂层的元素组成以及氟化盐中可能的反应类型,可以推断龟裂状涂层为 SiO₂ 相。值得注意的是,在 SiO₂ 的裂纹上,可以发现 VC 的主要形成元素 V 体现出更高的成分富集,暗示 SiO₂

覆盖在 VC 涂层之上。当 SiO₂ 覆盖较薄时,能够体现出 VC 的花瓣状(图 3a),而随着 SiO₂ 厚度的增加,VC 的花瓣特征渐渐被淹没(图 3b 和 3c)。当 SiO₂ 足够厚时,则只能体现出 SiO₂ 涂层的龟裂特征(图 3d)。但在图 1 的 XRD 图谱中没有 SiO₂ 相的特征峰出现,这主要是因为根据 XRD 的数据可以看出,渗钒处理 10 h 后,XRD 图谱中有很强的基体峰,说明 XRD 信号能完全穿过 3 μm 厚的 VC 涂层;而渗钒处理 90 h 后,已经观察不到基体的衍射峰,说明 XRD 信号未能穿过 5 μm 后的 VC 涂层。因此,XRD 信号的深度在 3~5 μm 之间。与此同时,表面的 SiO₂ 层较薄且在部分区域出现,在图 6 的截面能谱图中可以看出其厚度仅几百纳米。因此,在 XRD 图谱中未能观察到少量的 SiO₂ 衍射峰。

为了进一步验证上述分析,对涂层截面进行能谱分析。图 5b 为盐浴处理 90 h 后所得涂层截面 EDS 的线分析结果,图 5c 为其 EDS 的点分析结果,线分析和点分析的最后结果皆取 3 次线分析结果的平均值,为了更直观的了解 EDS 检测出的元素在涂层中的分布情况,对涂层进行了 EPMA 面分析,其结果如图 6 所示。EDS 点分析结果显示,涂层中主要含 C、V 元素且原子比接近 1:1,另处还含有微量的 Fe、Si、K 元素。EDS 线分析及 EPMA 面分析结果显示,从基体到涂层表面,C 元素的含量呈小幅度的增加,因为在

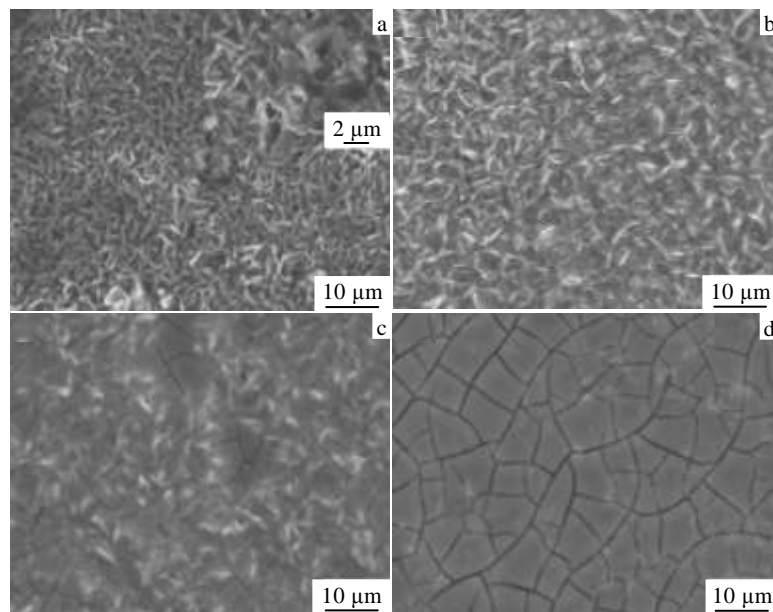


图 3 盐浴渗钒处理 10 h 后样品表面不同位置处涂层的形态

Fig.3 Morphologies of different location on the surface of coating on 3Cr13 specimen after vanadizing treatment for 10 h: (a) petals shape, cracks can be found in partial enlarged figure, (b) petal shape and slight crack shape, (c) crack shape and slight petal shape, and (d) crack shape

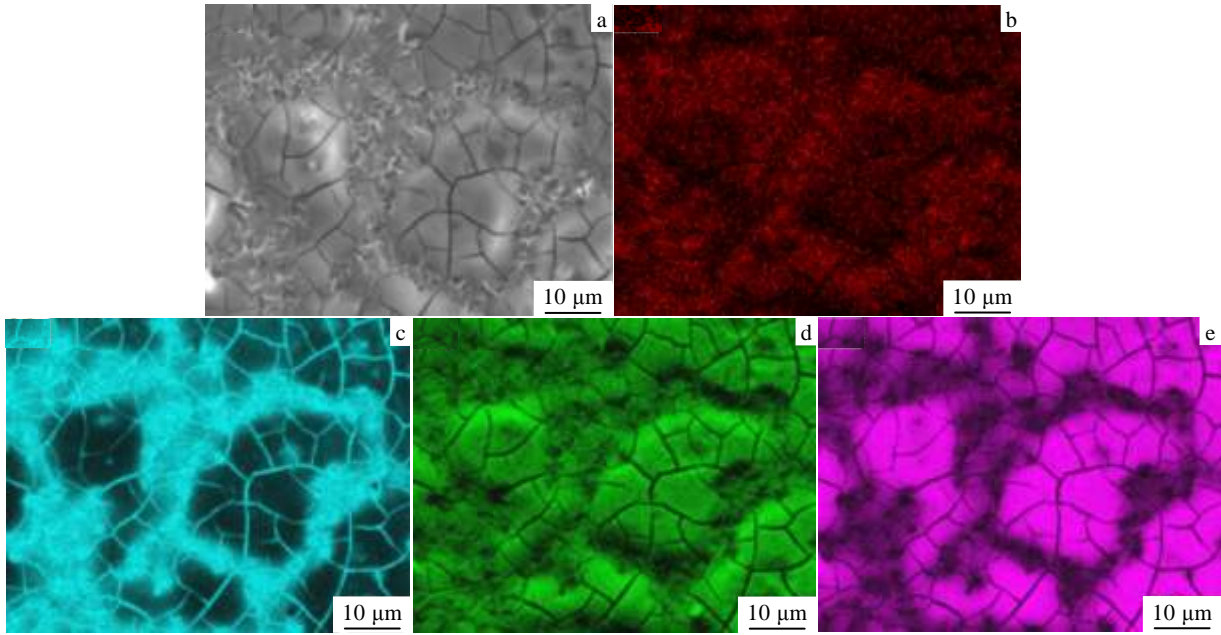


图 4 花瓣状涂层和龟裂状涂层混合的表面形态及 EDS 元素分布

Fig.4 Surface morphology of the mixture coating in crack shape and petal shape (a); distribution of C (b), V (c), O (d), and Si (e)

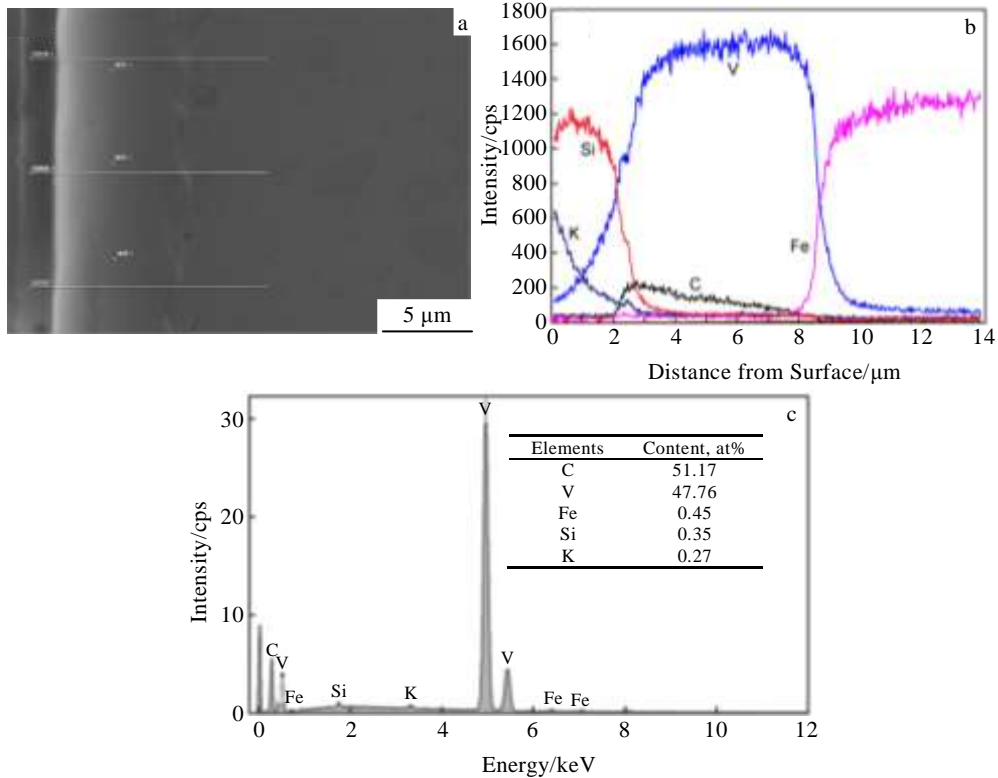


图 5 盐浴渗钒处理 90 h 涂层截面形貌及元素线扫描, EDS 成分分析

Fig.5 Micrograph of cross section of the coating with salt bath vanadizing treatment for 90 h (a), EDS elements line scanning (b), and EDS analysis results (c)

渗钒过程中, 基体中的 C 不断的向外扩散, 与 V 原子 结合形成 VC, 使得从基体到涂层表面, C 元素的含量

呈不断增加的趋势^[18]。对盐浴渗钒处理 90 h 样品表面进行微观硬度测试, 测试结果显示 0.01 kg 的硬度 HV 平均值为 32220 MPa, 由此可见盐浴渗钒处理所得 VC 涂层具有极高的硬度。V 元素在涂层中的含量较高且较为稳定, 在涂层与基体的交界处, V 元素的含量急剧上升, Fe 元素的含量急剧下降, 但存在 1~2 μm 的过渡区, 使得涂层与基体结合方式为冶金结合^[19]。涂层中少量的 K、Si 元素主要分布在涂层表面, 这主要是盐浴反应中生成的 SiO₂ 及基盐沉积到表面所致, 另外由于这些小直径原子在 VC 中掺杂导致其晶格常数略小于标准值 (图 1)。

根据相关文献报道, 当 SiO₂ 涂层与基底材料 (Si, Al 等) 的热膨胀系数存在差异时^[20,21], 由此产生的内应力会导致脆性的 SiO₂ 发生开裂。在本研究中, 基底的 VC 的热膨胀系数约为 $(7.18\sim 7.66)\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (25~590 °C)^[22], 而 SiO₂ 的热膨胀系数为 $7.8\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (150~600 °C)^[23]。当样品随炉从 900 °C 高温冷却至室温的过程中, VC 表面覆盖的 SiO₂ 收缩更快, 由此产生的拉应力最终导致了 SiO₂ 涂层的龟裂形貌。

2.3 涂层的形成机制和形成动力学

TD 处理过程中涂层的热力学过程一般包括 3 个方面: (1) 介质中的化学反应, 生成活性金属原子; (2) 活性金属原子和基体中 C 原子的扩散过程; (3) 金属原子与 C 原子的反应过程。从热力学角度上看, V₂O₅ 在 900 °C 的形成能为 -52 kcal/gram-atom of oxygen, 而 V 的氟化物的形成能为 -68~-80 kcal/gram-atom of

fluorine^[24]。因此, V₂O₅ 首先在 FLiNaK 盐中无法稳定存在而发生活化, 成为游离金属离子。随后, 游离的 V 离子与还原剂 Si 粉发生氧化还原反应生成低价或零价的 V 离子或原子以及 SiO₂。与此同时, 浴盐中的游离 V 和基体中的 C 原子相互扩散在合金表面形成最初的 VC 层。随着 VC 继续增厚, C 原子和 V 原子在 VC 涂层中的扩散将控制其生长过程。因此, TD 处理的时间将决定着涂层的厚度。

图 7 为 3Cr13 钢在 900 °C 下分别盐浴渗钒处理 10、24、48、90 h 所得涂层截面形貌。从图 7 中可以清楚的看到碳化钒涂层, 涂层厚度均匀且较为致密, 涂层与基体之间存在 1 个明显的平整界面。且随着盐浴处理时间的延长, 涂层的厚度逐渐增加, 这与 XRD 分析结果一致。在 900 °C 下盐浴处理 10、24、48、90 h 下所得涂层平均厚度分别为 3.23、3.53、4.83、5.25 μm。有研究表明涂层厚度与保温时间满足方程 $d^2=kt$ (k 为常数) 关系^[25-27]。图 8a 为涂层厚度随保温时间关系曲线。图 8b 为涂层厚度平方与保温时间关系拟合曲线。整体来看, 渗钒厚度随保温时间的变化类似于抛物线关系即随着保温时间的延长, 涂层厚度增加趋势变缓。图中 R^2 为拟合系数, 越接近 1 则拟合度越高。由图 8b 可知, 涂层随保温时间生长关系基本满足 $d^2=kt$ 关系, 拟合得到 k 为 0.510 86, 所以在 900 °C 下 $d^2=0.510 86t$, 用此公式可以预测 3Cr13 不锈钢在 900 °C 下盐浴处理不同时间所得涂层的厚度。

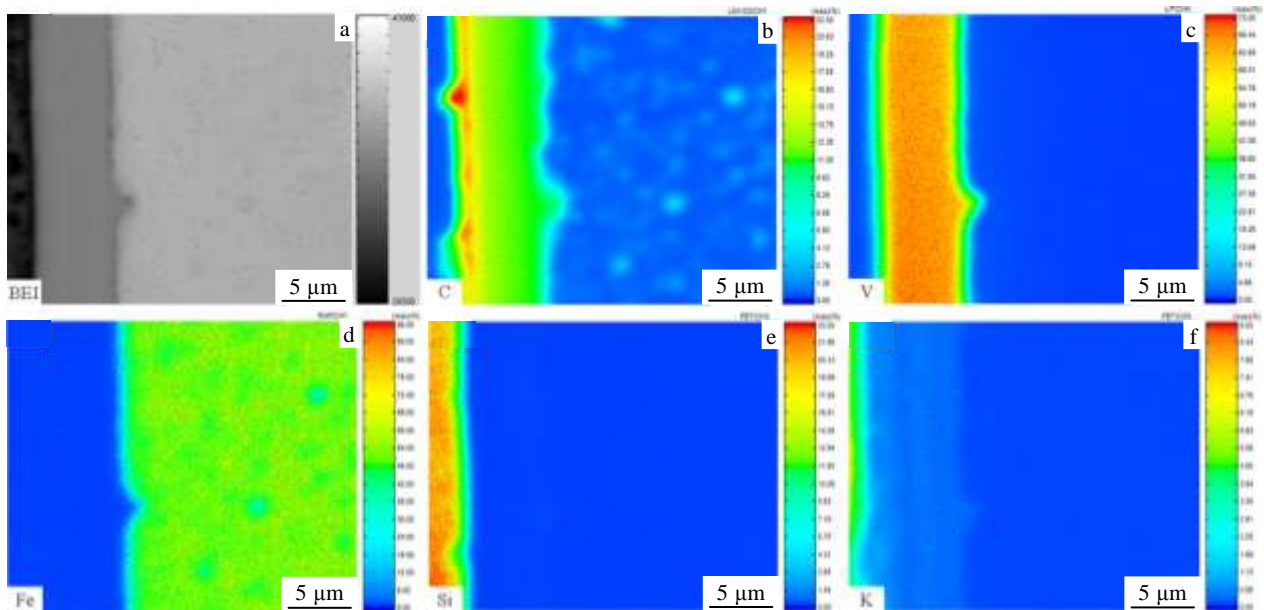


图 6 盐浴渗钒处理 90 h 涂层截面 EPMA 面分析

Fig.6 EPMA plane scanning analysis of cross section of the coating with salt bath vanadizing treatment for 90 h: (a) BEI and (b~f) the area distribution of C, V, Fe, Si, and K by EPMA, respectively

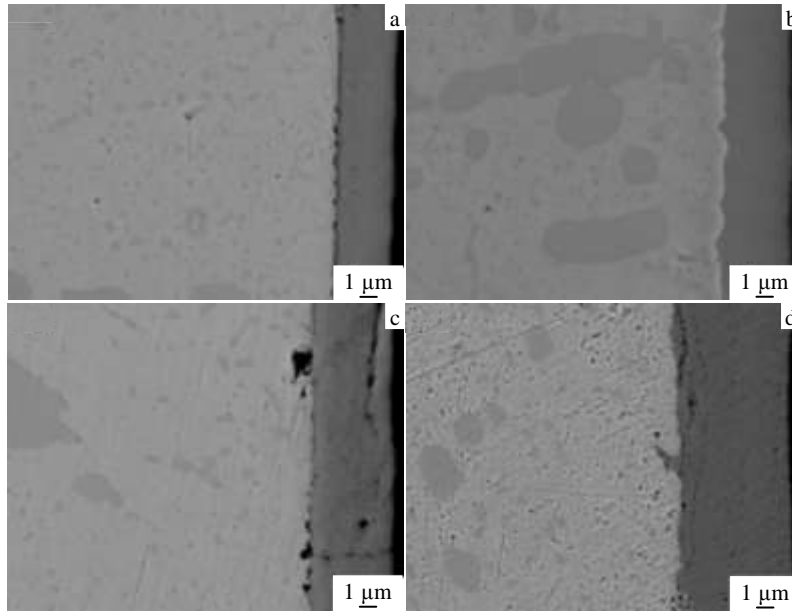


图 7 盐浴渗钒处理不同时间涂层截面 SEM 形貌

Fig.7 SEM images of cross section of the coating with salt bath vanadizing treatment for various time: (a) 10 h, (b) 24 h, (c) 48 h, and (d) 90 h

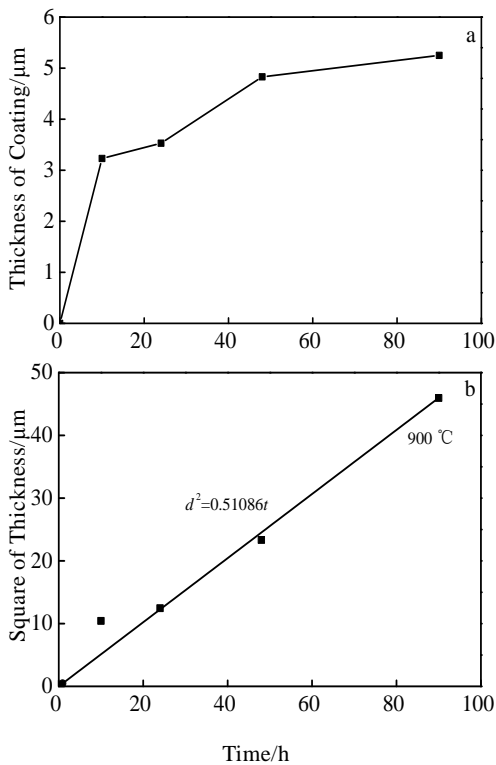


图 8 涂层厚度与保温时间关系曲线及涂层厚度平方与保温时间拟合曲线

Fig.8 Relationship curve between thickness of coating and treatment time (a); fitting curve between square of thickness of coating and treatment time (b)

3 结 论

1) 利用 FLiNaK 氟化盐作 TRD 法盐浴基盐, V_2O_5 做供钒剂, 硅粉和碳化硼做还原剂, 能在 3Cr13 不锈钢表面获得均匀致密的 VC 涂层。

2) 涂层相为 VC, 基体相为 $\alpha\text{-Fe}$, 通过分析 VC 生长的 2 个衍射峰 $I_{(111)}/I_{(200)}$ 的比值发现, 初期 VC 晶粒的生长具有(111)择优取向, 随着处理时间的延长, 择优生长取向现象消失。

3) 涂层表面覆盖一层较薄且分布不均匀的 SiO_2 , 由于 SiO_2 的热膨胀系数大于 VC 涂层, 在冷却过程中产生拉应力而发生开裂。因此, 在 SiO_2 相对多的地方涂层表面形貌呈龟裂状, 在 SiO_2 相对少的地方, 涂层表面形貌呈现花瓣状, 同时还存在花瓣状+轻微龟裂状, 龟裂状+轻微花瓣状的形貌。

4) 在 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 下随着盐浴渗钒时间的延长, 涂层的厚度增加, 但增加的速度放缓, 涂层的生长规律近似的符合抛物规律即 $d^2=0.51086t$ 。

参考文献 References

[1] Tang Huasheng(唐华生). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1988, 17(6): 62
 [2] Arai T, Komatsu N. *Met Australas Aua*[J], 1982, 14(7): 8
 [3] Gilbert T R, Soman R S, Li J. *US Patent*, 5141773[P]. 1992
 [4] Si Zhaowei(司兆维), Sun Xitai(孙希泰). *Journal of Shandong*

- University of Technology(山东工业大学学报)[J], 1991, 21(2): 10
- [5] Arai T, Fujita H, Sugimoto Y *et al.* *Proceeding of Heat Treatment and Surface Engineering: New Technology and Practical Applications*[C]. Chicago: ASM International, 1988: 49
- [6] Serrano-López R, Fradera J, Cuesta-López S. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*[J], 2013, 73: 87
- [7] Yin Huiqin(阴慧琴). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, 2015
- [8] Stern K H. *Journal of Applied Electrochemistry*[J], 1992, 22(8): 717
- [9] Li Jun(李 军), Li Bing(李 冰), Jiang Lushan(江庐山) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(4): 629
- [10] Kang J, Wang C, Wang H *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2009, 203(14): 1927
- [11] Cheng J, Liang X, Xu B *et al.* *Journal of Non-crystalline Solids*[J], 2009, 355(34): 1673
- [12] Olson L C, Ambrosek J W, Sridharan K *et al.* *Journal of Fluorine Chemistry* [J], 2009, 130(1): 67
- [13] Han Z, Ji L, Cai J *et al.* *Journal of Nanomaterials*[J], 2013, 6300: 209
- [14] Biesuz M, Sglavo V. *Surface and Coatings Technology*[J], 2016, 286: 319
- [15] Arai T. *Thin Solid Films*[J], 1993, 229(2): 171
- [16] Fan X, Yang Z, Zhang C *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2010, 205(2): 641
- [17] Yang Haopeng(杨浩鹏), Wu Xiaochun(吴晓春), Qin Fang(秦 芳) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(2): 146
- [18] Chicco B, Borbidge W, Summerville E. *Materials Science and Engineering*[J], 1999, 6(3): 16
- [19] Kong Dejun(孔德军). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(2): 297
- [20] Sinha A K, Levinstein H J, Smith T E. *Journal of Applied Physics*[J], 1978, 49(4): 2423
- [21] Scafidi P, Ignat M. *Journal of Adhesion Science and Technology*[J], 1998, 12(11): 1219
- [22] Storms E K, Kempter C P. *The Journal of Chemical Physics* [J], 1965, 42(6): 2043
- [23] Denes G. *Journal of Solid State Chemistry*[J], 1981, 36(1): 20
- [24] Glassner A. *The Thermochemical Properties of the Oxides, Fluorides, and Chlorides to 2500 K*[R]. Lemont: Argonne National Lab., 1957
- [25] Božidar Matijević. *JOM*[J], 2013, 65(11): 1395
- [26] Fan X, Yang Z, Zhang C *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2012, 208: 80
- [27] Aghaie-Khafri M, Fazlalipour F. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 2008, 69: 2465

Preparation and Characterization of Vanadium Carbide Coating on 3Cr13 Steel by Thermal Diffusion Process with Fluoride Salt Bath

Zhang Jie¹, Jiang Li², Xie Deming¹, Li Chaowen², Huang Hefei², Li Zhijun², Li Xiaoli²

(1. Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310032, China)

(2. Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

Abstract: Vanadium carbide (VC) coatings were prepared on 3Cr13 stainless steel using FLiNaK salts through thermal diffusion carbide coating process (TD) for different time. The morphology, composition, hardness and growth kinetics of the VC coatings were investigated by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffractometer (XRD), Vickers indenter, electronic probe microanalysis (EPMA) and energy dispersive X-ray spectrometry (EDX). Results show that the VC coatings of 3~5 μm in thickness form on the surface of 3Cr13 stainless steel. The coatings are petal-shaped and contain traces of Si and Fe. The average hardness of the VC coating is up to 32220 MPa and there is a parabola relationship between the thickness of the coatings and the treatment time. VC coatings are covered by rimous SiO₂ phases with the thickness of hundreds of nanometers. The cracks of SiO₂ phases result from the tensile stress during the cooling process, which derive from the different thermal expansivity between VC coating and SiO₂ phase. The present study also indicates the potential application of FLiNaK salts in TD process.

Key words: FLiNaK; thermal diffusion carbide coating process; 3Cr13 stainless steel; VC coatings