

УДК 539.534.9

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ И МИКРОТВЕРДОСТИ СПЛАВА 67КН5Б ПРИ ОБРАБОТКЕ ИОННЫМИ И ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКАМИ

Скаков М.К., Рахадиллов Б.К., Зарва Д.Б., Гулькин А.В.

Национальный ядерный центр Республики Казахстан, Курчатов, Казахстан

В статье показано влияние ионной имплантации азота и электронно-лучевой обработки на структурно-фазовые состояния и микротвердость дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б. Установлено, что при обработке поверхности электронными и ионными пучками имеют место морфологические изменения и изменения элементного состава сплава 67КН5Б. Определено, что в результате облучения ионами азота и электронами на поверхности дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б образуются мелкодисперсные включения за счет поверхностной сегрегации ниобия. Показано, что ионная имплантация приводит к возрастанию микротвердости на 10–50%, в зависимости от дозы облучения. Определено, что микротвердость поверхности сплава 67КН5Б после электронного облучения увеличивается почти в 2 раза.

ВВЕДЕНИЕ

Развитие современной техники приводит к необходимости создания материалов, работающих в экстремальных условиях высоких температур, больших механических нагрузок, агрессивных контактирующих сред, внешнего ионизирующего облучения. Одним из наиболее перспективных путей развития современного материаловедения является создание новых методов обработки материалов концентрированными потоками энергии [1]. В связи с этим, в настоящее время ведутся интенсивные исследования по изучению влияния обработки концентрированными потоками энергии на структуру и свойства металлов и сплавов. При обработке концентрированными потоками энергии одновременно осуществляется радиационное, тепловое и ударно-механическое воздействия. Развивающиеся при этом процессы перестройки структуры происходят в условиях, далеких от термодинамических равновесных состояний, и позволяют получать поверхностные слои с уникальным комплексом физико-механических свойств [2]. Поэтому изучение механизмов и особенностей изменения структурно-фазовых состояний и микротвердости дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б при воздействиях ионных и электронных пучков представляет большой научный и практический интерес в плане выяснения общих закономерностей фазовых превращений в изучаемом сплаве и разработки новых прогрессивных способов обработки материалов для улучшения их практически важных свойств. Несмотря на широкое практическое применение и исследование [3] дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б на Co-Ni основе, не все особенности структурных и фазовых превращений в нем хорошо изучены. В частности, недостаточно сведений о влиянии обработки концентрированными потоками энергий на структурно-фазовое состояние и свойства дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б, об особенностях упрочнения этого сплава после обработки ионными и электронными пучками. Отсутствие этих данных ограничивает возможности

выбора и оптимизации методов поверхностных обработок дисперсионно-твердеющего сплава. В этой связи исследования, направленные на изучение связи параметров микроструктуры сплавов с их механическими свойствами, с целью формирования структур с оптимальным сочетанием прочности, являются весьма актуальными и позволяют создать основу при разработке новых технологий обработки этого сплава.

В связи с вышеизложенным, целью настоящей работы является исследование влияния облучения электронами и ионной имплантацией на структурно-фазовые состояния и микротвердость дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В соответствии с поставленными задачами в качестве объекта исследования был выбран аустенитный дисперсионно-твердеющий сплав 67КН5Б (67%-Co, 28%-Ni, 5%-Nb), широко используемый при изготовлении токоведущих упругих элементов, контактных пружин для электромагнитных и ртутных реле. Выбор материала исследования обоснован тем, что сплав 67КН5Б относится к дисперсионно-твердеющим аустенитным сплавам и используется в электротехнической промышленности. Сплав 67КН5Б после закалки находится в состоянии γ -твердого раствора с ГЦК-решеткой и упрочняется при деформации или при старении за счет выделения избыточных вторичных фаз [4]. В данном сплаве путем несложных термических или механико-термических обработок можно получить широкий спектр структурных состояний, отличающихся фазовым составом, механизмом выделения избыточных фаз, степенью дисперсности и морфологией выделяющихся частиц, дислокационной структурой и состоянием границ зерен. Как показано в работе [5], наиболее оптимальные механические свойства сплава 67КН5Б достигаются обработкой: закалка от 950°C (10 мин), прокатка на 90%. Поэтому для проведения обработки концентрированными потоками энергий изготавливали плоские образцы с размера-

**ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ И МИКРОТВЕРДОСТИ СПЛАВА 67КН5Б
ПРИ ОБРАБОТКЕ ИОННЫМИ И ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКАМИ**

ми 20×20×0,5 мм, после предварительной обработки: закалка от 950°C (10 мин) и прокатка на 90%. Перед облучением образцы электролитически полировали. Внедрение ионов азота с энергией 100 кэВ, дозами 1×10^{17} , 2×10^{17} , 5×10^{17} ион/см² проводилось в вакууме (10⁻⁴ Па) при плотности тока 2 мкА/см² на ионном имплантаторе МКСП-99 в лаборатории кафедры электрических аппаратов и техники высоких напряжений Люблинского технического университета (г. Люблин, Польша). Непрерывное электронное облучение выполнялось на ускорителе ЭЛВ-4. Энергия электронов на поверхности образцов при облучении составляла 1,3 МэВ, а плотность тока пучка – 10 мкА/см². Образцы были облучены до дозы $0,28 \times 10^{19}$ е⁻/см². В процессе облучения температура образцов не превышала 100°C. Исследование фазового состава и кристаллической структуры образцов сплава осуществляли методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре X'Pert Pro в CuK_α-излучении. Морфологию поверхности изучали в инженерной лаборатории ИРГЕТАС ВКГТУ на растровом электронном микроскопе JSM-6390LV, оснащенный приставкой энергодисперсионного анализа. Микротвердость поверхностных слоев образцов до и после облучения измеряли методом вдавливания алмазного индентора на приборе ПМТ-3 при трех нагрузках 20, 50 и 100 г и выдержке под нагрузкой 10 с.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ изображений, полученных методом растровой электронной микроскопии, позволяет гово-

рить, что в результате ионной имплантации происходит изменение морфологии поверхности образцов исследуемого сплава. В результате облучения на поверхности образцов были обнаружены каплеобразные частицы размером до 0,5 мкм, мелкие блистеры и поры (рисунок 1). Для выяснения химического состава микродефектов был проведен микроанализ в режиме энергетического дисперсионного анализа. В таблице 1 приведен химический состав поверхности сплава 67КН5Б.

Из анализа данных таблицы 1 можно заключить, что под воздействием ионного облучения происходит пространственное перераспределение легирующих элементов сплава. При этом обнаружено, что в составе обнаруженных на поверхности светлых каплеобразных частиц количество ниобия больше по сравнению с составом основы. Учитывая зону охвата энергодисперсионного анализа (до 5 мкм), которая намного превышает размер частиц (до 0,5 мкм), предполагается, что светлые каплеобразные частицы являются нитридами на основе ниобия, которые образовались в результате сегрегации ниобия.

На рисунке 2 представлено изображение сплава 67КН5Б после облучения ионами до дозы $2 \cdot 10^{17}$ ион/см². Чтобы определить глубину проникновения ионов азота, был проведен рентгеновский микроанализ. В таблице 2 приведен химический состав области микровыделений. Видно, что глубина проникновения ионов азота составляет около 500 нм. Выше этой глубины ионы азота не обнаружены.

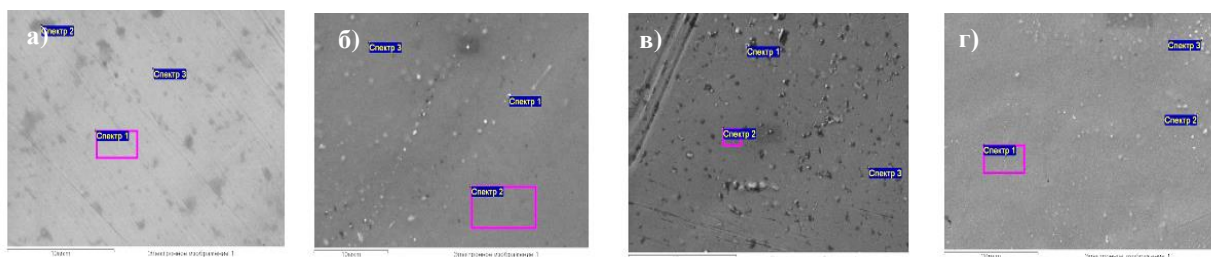


Рисунок 1. РЭМ-изображение до (а) и после облучения ионами до дозы 10^{17} ион/см² (б), 2×10^{17} ион/см² (в), 5×10^{17} ион/см² (г)

Таблица 1. Химический состав поверхности сплава 67КН5Б (в весовых %)

Доза облучения	Спектр	O, %	N, %	Mn, %	Fe, %	Co, %	Ni, %	Nb, %	ИТОГО, %
Необлученный	Спектр 1			0.37	1.64	65.21	28.08	4.69	100.00
	Спектр 2	1.90		0.34	1.58	63.67	27.30	5.22	100.00
	Спектр 3			0.33	1.79	64.78	28.00	5.09	100.00
10^{17} ион/см ²	Спектр 1				1.42	55.99	27.80	14.80	100.00
	Спектр 2				1.82	64.07	28.44	5.67	100.00
	Спектр 3				1.72	64.66	27.91	5.72	100.00
2×10^{17} ион/см ²	Спектр 1		1.35		1.77	59.64	26.84	10.41	100.00
	Спектр 2		2.65		1.61	62.78	27.58	5.37	100.00
	Спектр 3			0.45	1.74	64.15	27.59	6.08	100.00
5×10^{17} ион/см ²	Спектр 1		7.35		1.56	60.11	25.85	5.13	100.00
	Спектр 2			0.45	1.85	65.19	27.00	5.51	100.00
	Спектр 3		8.14		1.20	55.17	25.32	10.17	100.00

**ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ И МИКРОТВЕРДОСТИ СПЛАВА 67КН5Б
ПРИ ОБРАБОТКЕ ИОННЫМИ И ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКАМИ**

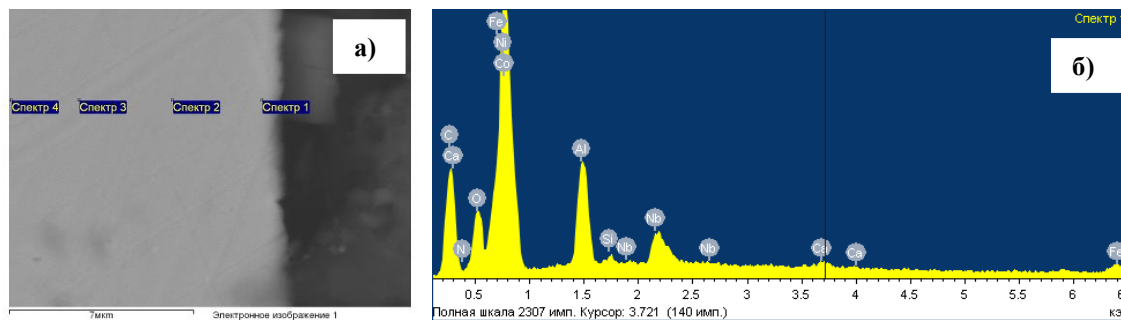


Рисунок 2. РЭМ-изображение поперечного сечения сплава 67КН5Б после облучения ионами до дозы 2×10^{17} ион/см² (а) и результаты рентгеновского микроанализа в области микровыделений (б)

Таблица 2. Химический состав поперечного сечения сплава 67КН5Б после облучения ионами до дозы 2×10^{17} ион/см² (в весовых %)

Спектр	O	N	Fe	Co	Ni	Nb	Al	Si	Ca	ИТОГО, %
Спектр 1	9.06	1.82	1.35	50.88	22.86	4.78	8.37	0.51	0.37	100.00
Спектр 2	4.69	0.00	1.53	58.96	25.73	4.94	3.70	0.44		100.00
Спектр 3	4.36	0.00	1.74	59.34	26.08	4.74	3.22	0.52		100.00
Спектр 4	3.83	0.00	1.57	59.84	25.86	5.12	3.15	0.34	0.28	100.00

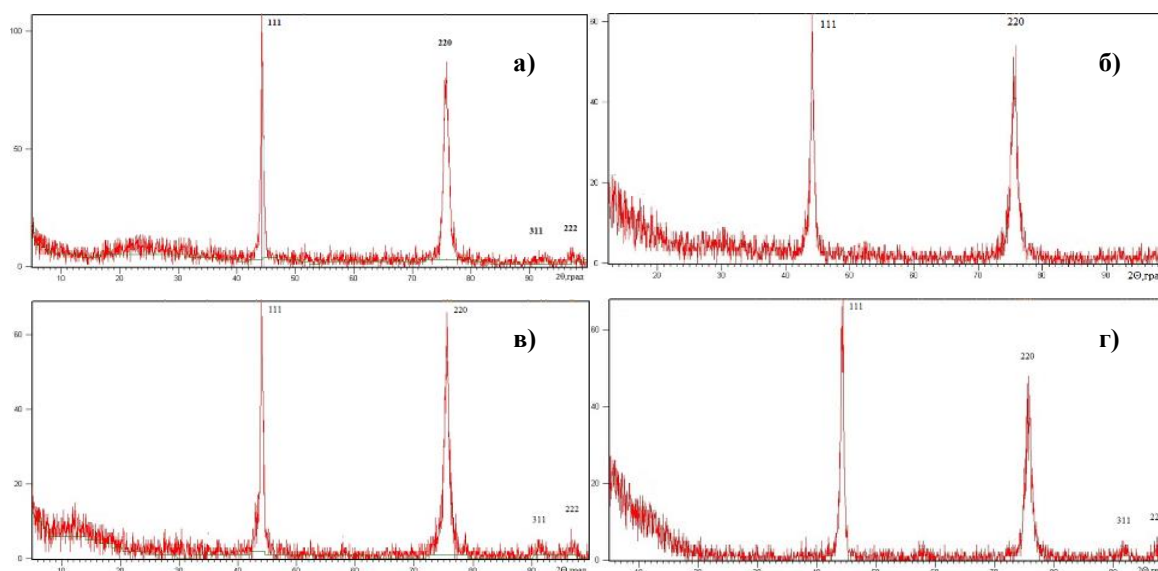


Рисунок 3. Дифрактограммы сплава 67КН5Б до (а) и после облучения ионами до дозы 10^{17} ион/см² (б), 2×10^{17} ион/см² (в), 5×10^{17} ион/см² (г)

На рисунке 3 представлены дифрактограммы сплава 67КН5Б до и после облучения. Рентгеноструктурные исследования не выявили новых нитридных фаз, возможно, ввиду их низкой концентрации и малой глубины образования.

Электронно-микроскопическими исследованиями установлено, что в результате электронного облучения происходит изменение морфологии поверхности образцов сплава (рисунок 4). Видно, что поверхность неоднородна, имеет развитый рельеф. В результате облучения электронами с энергией 1,3 МэВ до дозы $0,28 \times 10^{19}$ е⁻/см² на поверхности образца сплава 67КН5Б были обнаружены поры и мел-

кодисперсные включения размерами 0,1–0,5 мкм. Для выяснения химического состава дефектов был проведен микроанализ в режиме энергетического дисперсионного анализа. На рисунке 5 приведены результаты рентгеновского микроанализа в области микровыделений и изображение соответствующего участка поверхности сплава 67КН5Б, облученного электронами с энергией 1,3 МэВ до дозы $0,28 \times 10^{19}$ е⁻/см². Видно, что мелкодисперсные включения обогащены ниобием. Предполагается, что эти мелкодисперсные включения образуются в результате поверхностной сегрегации ниобия.

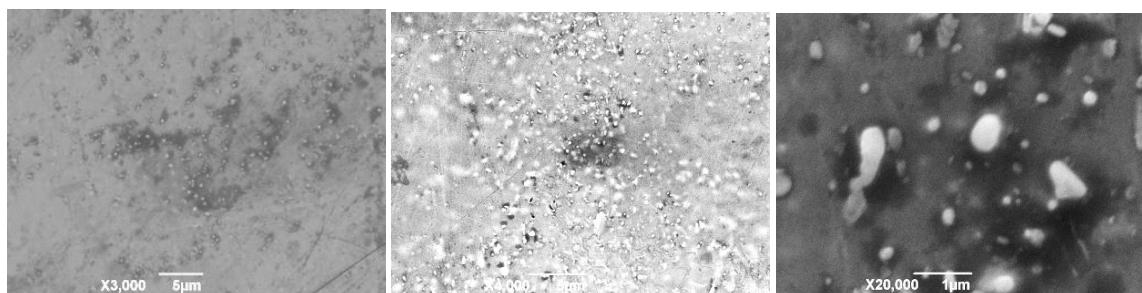


Рисунок 4. Микроструктуры поверхности сплава 67КН5Б после облучения электронами с энергией 1,3 МэВ до дозы $0,28 \times 10^{19} \text{ e}^-/\text{см}^2$

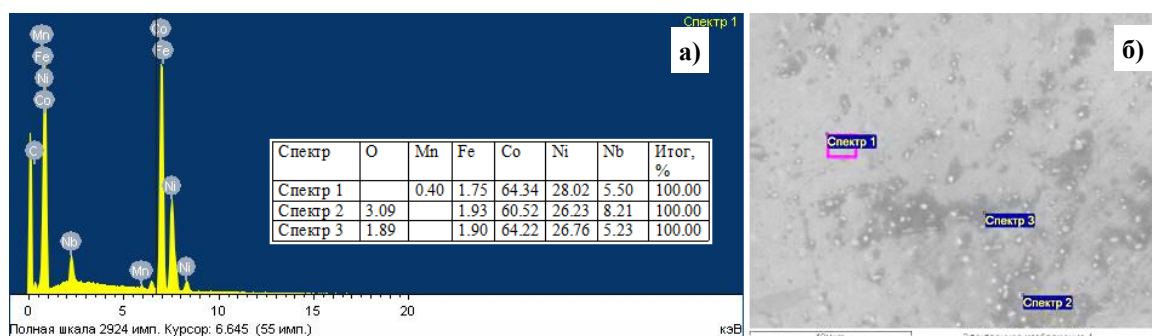


Рисунок 5. Результаты рентгеновского микроанализа в области микровыделений (а) и изображение соответствующего участка поверхности сплава 67КН5Б, облученного электронами с энергией 1,3 МэВ до дозы $0,28 \times 10^{19} \text{ e}^-/\text{см}^2$ (б)

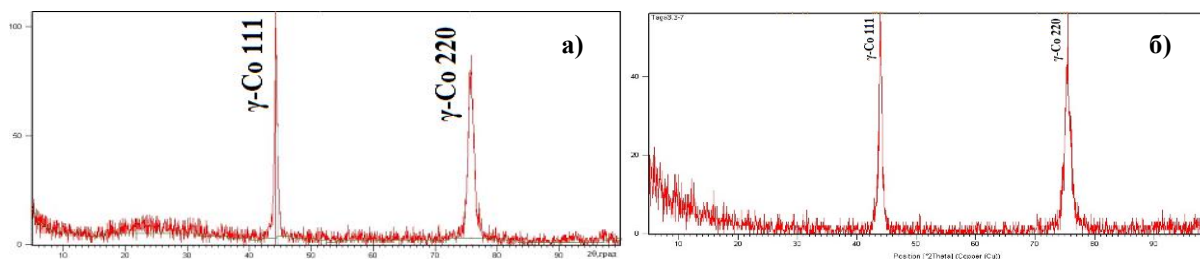


Рисунок 6. Рентгенограммы поверхности образцов сплава 67КН5Б необлученной (а) и облученной (б) стороны электронами до дозы $0,28 \times 10^{19} \text{ e}^-/\text{см}^2$ энергией 1,3 МэВ

На рисунке 6 представлены рентгенограммы сплава 67КН5Б с облученной электронами и с противоположной облучению стороны мишени. Из их сопоставления следует, что на облученной стороне отражения от плоскости (220) становятся более интенсивными, что свидетельствует об изменении ориентации кристаллитов. При этом было установлено, что параметр решетки по сравнению с исходным не меняется (в пределах погрешности). Но рентгеноструктурный метод не фиксирует однозначно глубину структурных изменений. Рентгенограмма необлученной стороны мишени аналогична рентгенограмме исходного образца. Рентгеноструктурный анализ не смог дать информацию о фазовом составе мелкодисперсных включений, возможно, ввиду их низкой концентрации и малой глубины образования.

Микротвердость сплава 67КН5Б в исходном состоянии составляет 5000 МПа и увеличивалась после облучения ионами азота в зависимости от дозы

облучения (рисунок 6). Микротвердость образцов, облученных ионами азота, увеличивается на 10–50% по сравнению с исходным значением, что согласуется с представлением об упрочняющем воздействии ионно-лучевой обработки материалов. На рисунке 7 представлена зависимость микротвердости от дозы имплантированных ионов. Видно, что максимальное увеличение микротвердости (7800 МПа) образцов наблюдается при дозе $5 \times 10^{17} \text{ ион}/\text{см}^2$ (нагрузка на индентор 20 г). Предполагается, что увеличение микротвердости при облучении связано с интенсивным образованием радиационных дефектов и обнаруженных каплеобразных частиц новых фаз.

На рисунке 8 приведены зависимости микротвердости от нагрузки (то есть распределение микротвердости по глубине) сплава 67КН5Б, облученных электронами с энергией 1,3 МэВ до дозы $0,28 \times 10^{19} \text{ e}^-/\text{см}^2$. Микротвердость поверхности сплава после электронного облучения, при малых нагрузках на

пирамидку, увеличивается почти в 2 раза, по сравнению с исходным значением, что согласуется с представлением об упрочняющем воздействии электронно-лучевой обработки материалов.

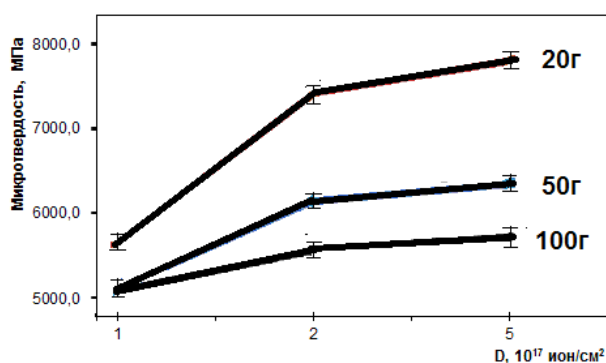


Рисунок 7. Зависимость микротвердости сплава 67КН5Б от дозы имплантированных ионов азота

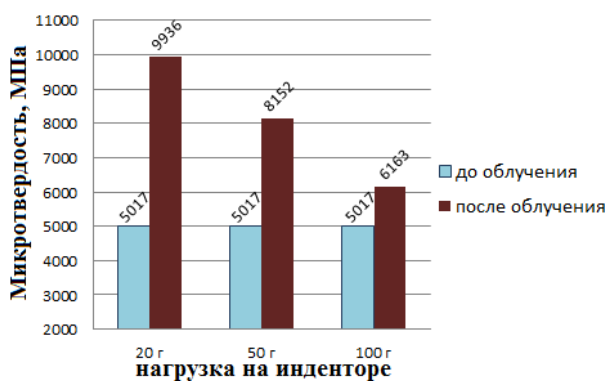


Рисунок 8. Микротвердость поверхностных слоев сплава 67КН5Б до и после облучения непрерывными электронами (1,3 МэВ, $D=0,28 \times 10^{19}$ e^-/cm^2) при различных нагрузках индентора

Выявлено, что электронное облучение приводит к возрастанию микротвердости сплава на Co-Ni-основе почти в 2 раза. Предполагается, что увеличение микротвердости облученного сплава обусловлено изменениями структурно-фазового состояния поверхностных слоев с образованием мелкодисперсных включений и радиационных дефектов при обработке электронным пучком.

Таким образом, проведенные исследования свидетельствуют об увеличении микротвердости образцов облученных ионами азота и электронами. Определено, что в результате облучения ионами азота и электронами на поверхности сплава образуются мелкодисперсные включения за счет поверхностной сегрегации ниобия. Сформированные в результате облучения ионами азота и электронами мелкодисперсные включения и радиационные дефекты способствуют повышению микротвердости поверхностного слоя дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б. Впервые обнаружен эффект поверхностной сегрегации ниобия при облучении сплава 67КН5Б ионами азота и электронами, и авторы утверждают,

что его можно использовать для модификации поверхности подобных сплавов с помощью ионного и электронного облучения. Тем не менее, чтобы понять механизм взаимодействия ускоренных ионов и электронов с твердым телом, который приводит к макроскопическим изменениям, требуется большой объем дальнейшей экспериментальной и теоретической работы. Для исследования этого механизма необходимо использовать новые экспериментальные методы. Как считают авторы работы [6], ими должны стать атомно-ядерные неразрушающие методы, которые не вносят искажений в процессе исследований и могут дать надежную информацию о профилях распределения внедренных ионов и протяженности области с повышенной концентрацией дефектов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализируя полученные в работе результаты, можно сделать следующие выводы:

1. Установлено, что при обработке поверхности электронными и ионными пучками имеют место морфологические изменения и изменения элементного состава сплава 67КН5Б.

2. Впервые обнаружено, что в результате облучения ионами азота и электронами на поверхности дисперсионно-твердеющего сплава 67КН5Б образуются мелкодисперсные включения за счет поверхностной сегрегации ниобия.

3. Установлено, что ионная имплантация приводит к возрастанию микротвердости на 10–50%, в зависимости от дозы облучения. Микротвердость достигает максимума при дозе 5×10^{17} ион/см². Предполагается, что увеличение микротвердости при облучении связано с интенсивным образованием радиационных дефектов и каплеобразных частиц новых фаз.

4. Определено, что микротвердость поверхности сплава после электронного облучения увеличивается почти в 2 раза. Увеличение микротвердости облученного сплава обусловлено изменениями структурно-фазового состояния поверхностных слоев с образованием мелкодисперсных включений и радиационных дефектов при обработке электронным пучком.

5. Разработан и предложен для практического применения способ обработки дисперсионно-твердеющих сплавов на Co-Ni-основе ионной имплантацией N^+ с энергией 100 кэВ и интегральной дозой облучения $10^{17} \div 5 \times 10^{17}$ ион/см², приводящий к увеличению микротвердости до 7800 МПа.

Таким образом, полученные в работе экспериментальные данные помогают предсказать максимальное увеличение микротвердости сплава 67КН5Б при различных видах обработок. Разработанные в работе способы и режимы упрочняющих обработок, позволяют практикам-материаловедам решить проблему упрочнения сплава 67КН5Б методами ионной имплантации и электронно-лучевой обработки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-лучевом воздействии / И.А. Курзина [и др.] – Томск: Изд-во НТЛ, 2008. – 324 с.
2. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов / К.К. Кадыржанов [и др.] – М.: Изд-во МГУ, 2005, 640 с.
3. Комаров Ф.Ф. Ионная имплантация в металлы / Ф.Ф. Комаров – М.: Metallurgy, 1990. 216 с.
4. Суховаров В.Ф. Прерывистое выделение фаз в сплавах / В.Ф. Суховаров – Новосибирск: Наука, 1983. – 164 с.
5. Ерболатулы Д. Влияние структурных превращений на сверхпластические и прочностные свойства аустенитных никель-хромовых и кобальт-никелевых сплавов / Д. Ерболатулы, Д.Л. Алонцева, М.К. Скаков // Вестник КарГУ, серия Физика. – 2004. – №2 (34). – С.18–21.
6. Диденко А.Н., Шаркеев Ю.П., Козлов Э.В., Рябчиков А.И. Эффекты дальнего действия в ионно-имплантированных металлических материалах. – Томск: НТЛ. 2004. – 326 с.

ИОНДЫҚ ЖӘНЕ ЭЛЕКТРОНДЫҚ ШОҚТАРМЕН ӨНДЕУ КЕЗІНДЕГІ 67КН5Б ҚОРЫТПАСЫНЫҢ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ-ФАЗАЛЫҚ КҮЙЛЕРІНІҢ ЖӘНЕ МИКРОҚАТТЫЛЫҒЫНЫҢ ӨЗГЕРУІ

Скаков М.К., Рахадиллов Б.К., Зарва Д.Б., Гулькин А.В.

Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы, Курчатов, Қазақстан

Мақалада азотты иондық ендірудің және электронды-сәуле арқылы өндеудің 67КН5Б қорытпаның құрылымдық-фазалық күйлеріне және микроқаттылығына әсері көрсетілген. 67КН5Б қорытпасының бетін электронды және ионды шоқтармен өндеу кезінде оның морфологиялық және элементтік құрамы өзгеретіні анықталды. Азотты иондық ендірудің және электронды-сәуле арқылы өндеудің нәтижесінде ниобидің беттік сегрегациясы әсерінен 67КН5Б қорытпасының бетінде ұсақдисперсиялық қосылыстар түзілетіні анықталды. Иондық ендіру кезінде сәуле түсірудің дозасына байланысты микроқаттылықтың 10–50 пайызға өсуі көрсетілген. Электронды сәуледен кейін 67КН5Б қорытпа бетінің микроқаттылығы 2 есеге артқаны анықталды.

THE CHANGE IN THE STRUCTURAL-PHASE STATE AND MICROHARDNESS OF THE 67CoNi5Nb ALLOY WHILE ION AND ELECTRON BEAMS PROCESSING

Skakov M.K., Rakhadilov B.K., Zarva D.B., Gulkin A.V.

National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan, Kurchatov, Kazakhstan

The article shows the influence of ion implantation of nitrogen and electron-beam processing on structural-phase state and microhardness of a dispersion-hardening 67CoNi5Nb alloy. It is established that at the surface treatment of electronic and ion beams is the place to morphological changes, and changes in the elemental composition of the 67CoNi5Nb alloy. It is determined that in the result of treatment by nitrogen ions and electrons on the surface of a dispersion-hardening 67CoNi5Nb alloy formed fine inclusion due to surface segregation of niobium. It is shown that the ion implantation leads to an increase in the microhardness to 10–50%, depending from dose of irradiation. It is determined that the surface microhardness of the 67CoNi5Nb alloy after electron irradiation increases almost to 2 times.