

ИОННО-ЛУЧЕВАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВА 36НХТЮ

М.К. Скаков, А.А. Ситников, Б.Т. Туякбаев, Б.К. Ахметжанов

Работа посвящена актуальной теме ионно-лучевой модификации поверхности стареющего сплава 36НХТЮ. Установлено, что ионно-лучевая обработка дисперсионно-твердеющего сплава приводит к формированию имплантированного слоя порядка 15...20 нм. Ионная имплантация Ti^+ позволяет резко увеличить коррозионную стойкость в морской воде, а имплантация Ta^+ – в среде влажного хлора. Имплантация ионами азота приводит к залечиванию поверхностных дефектов и, как следствие, повышению циклической стойкости сплава.

Ключевые слова: ионно-лучевая модификация, имплантация, дисперсионно-твердеющий сплав, коррозионная и циклическая стойкость.

Введение

Ионная имплантация является современным методом поверхностного легирования материалов [1], и широко применяется для повышения служебных свойств различных изделий, работающих в сильно агрессивных средах. Ионная имплантация может быть использована и для обработки особо тонких конструкций упругих чувствительных элементов приборов, для которых состояние поверхностного слоя является определяющим фактором, влияющим на метрологические характеристики и ресурс работы приборов. При обработке концентрированными потоками энергии одновременно осуществляются радиационное, тепловое, ударно-механическое воздействия. Развивающиеся при этом процессы перестройки структуры происходят в условиях, далеких от термодинамически равновесных и позволяют получать поверхностные слои с уникальным комплексом физико-механических свойств [2].

В связи с вышеизложенным, целью настоящей работы является изучение влияния ионной имплантации на структуру и свойства дисперсионно-твердеющего сплава 36НХТЮ.

Материал и методика эксперимента

В качестве объекта исследования был выбран аустенитный дисперсионно-твердеющий сплав 36НХТЮ [3], широко используемый при изготовлении упругих чувствительных элементов (пружин, мембран, сильфонов, трубок Бурдона) приборов теплотехнического контроля.

Механические испытания проводили согласно ГОСТ 1497-73: определяли предел текучести $\sigma_{0,2}$, прочности σ_b , усталости σ_0 и относительное удлинение δ . Усталостные

испытания проводили в условиях чистого изгиба. Цикл нагружения асимметричный от нулевого, база испытаний 10^7 цикла.

Коррозионные испытания проводили по стандартной методике в соответствии с общими требованиями по ГОСТ 9.905-82 с использованием потенциостата П-5848. Анодно-поляризационные кривые снимали методом склейки, т.е. с рабочим раствором соприкасалась только исследуемая поверхность образца. Площадь поверхности образца составила 1см^2 , поверхность образца готовили по стандартной методике. Статистическую обработку результатов эксперимента проводили на ПЭВМ с использованием стандартных программ статистической обработки и корреляционного анализа. Скорость развертки потенциала составила 10^{-3} В/с в различных диапазонах тока, что соответствует нормативным данным. Electroдами сравнения служили насыщенный хлорсеребряный и водородный электроды.

Перед проведением ионной имплантации образцы толщиной 0,3 мм электролитически полировали. Имплантацию ионами N^+ , Ti^+ , Ta^+ проводили на установке «Везувий 2-450» по режиму: энергия ионов 100 кэВ, интегральная доза облучения $15 \times 10^{16} \div 15 \times 10^{17}$ ион/см², температура образцов не превышала 100⁰С. Температуру поверхности поддерживали на уровне 100⁰С с охлаждением противоположной стороны образца.

Электронно-микроскопические исследования тонких фольг приготовленных методом струйной полировки проводили на электронном микроскопе ЭМ-125К.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Для формирования различных исходных структурных состояний образца сплава 36НХТЮ подвергали термической и механико-термической обработкам, режимы которых приведены в таблице.

После закалки на твердый раствор от 970⁰С, 2 мин. и старения при 700⁰С, 4 часа была сформирована структура смешанного типа распада [3]. Такая термическая обработка используется при изготовлении мембран и сильфонов с глубоким профилем гофры. Для изделий простой формы применяется механико-термическая обработка, состоящая из закалки на твердый раствор, холодной пластической деформации со степенью обжатия $\epsilon = 50\%$ и последующего старения при 700⁰ С, 4 часа. После деформации в сплаве формируется ячеистая, слабо разориентированная структура с азимутальной разориентацией

ячеек, не превышающей 1-3⁰. При последующем старении развиваются комплексные реакции рекристаллизации и распада с выделением метастабильной γ' -фазы, а на поздних стадиях старения или при температуре более 800⁰ С выделяется стабильная η - фаза типа Ni₃Ti [3].

В таблице приведены полученные данные по механическим и электрохимическим свойствам сплава 36НХТЮ до и после имплантации ионами титана с дозой 1×10¹⁷ ион/см². Из представленных данных видно, что после ионной имплантации существенного изменения уровня механических свойств не произошло, за исключением некоторого роста предела усталости. Последнее, вероятно, обусловлено не только залечиванием поверхностных дефектов, но и увеличением плотности дислокаций в подповерхностном слое.

Таблица – Механические и коррозионные характеристики сплава 36НХТЮ после стандартных режимов обработки и имплантации ионами титана

Примечание	Режим термической обработки			Режим ионной имплантации	Механические свойства				Электрохимические свойства					
	Режим закалки	Степень деформации	Режим старения		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	σ_0 , МПа	ϕ_{np} , В	ϕ_p , В	$\Delta\phi$, В	j_p , А×см ⁻²	$j_{кор}$, А×см ⁻²	j_{tp} , А×см ⁻²
Стандартные способы обработки	970 ⁰ С 2 мин	-	700 ⁰ С 4 часа	-	910	1210	15	62	0,075/0,285	0,293/0,488	0,71/0,91	0,94	0,22	12
	970 ⁰ С 2 мин	50%		-	899	918	0,16	50	0,092/0,321	0,311/0,494	0,67/0,84	1,2	0,34	28
	970 ⁰ С 2 мин	50%	700 ⁰ С 4 часа	-	1100	1300	10	69	0,078/0,292	0,295/0,490	0,71/0,86	0,95	0,24	90
Предлагаемый способ обработки	970 ⁰ С 2 мин	-	700 ⁰ С 4 часа	E=100 кэВ, D=10 ¹⁷ ион/см ²	940	1220	14	68	0,180/0,061	0,049/0,218	0,98/0,95	0,015	0,006	90
	970 ⁰ С 2 мин	50%	-	E=100 кэВ, D=10 ¹⁷ ион/см ²	845	882	1,73	65	0,186/0,054	0,051/0,264	0,94/1,06	0,01	0,008	100
	970 ⁰ С 2 мин	50%	700 ⁰ С 4 часа	E=100 кэВ, D=10 ¹⁷ ион/см ²	1070	1260	11	117	-/0,046	0,045/0,127	1,03/1,29	0,009	0,004	60

Примечание: в числителе приведены значения потенциала хлорсеребряного электрода сравнения, в знаменателе – водородного

В качестве критерия оценки коррозионных свойств принимали величины коррозионного тока и тока пассивации, потенциалы пассивации и начала пассивации, а также ширину области пассивного состояния, определяемого величиной $\Delta\phi$.

Сравнение этих характеристик до и после имплантации показывает (см. таблицу),

что образование на поверхности образца имплантированного слоя приводит к резкому повышению коррозионной стойкости. Об этом свидетельствует смещение потенциалов начала пассивации ϕ_{np} и собственно пассивации ϕ_p к более отрицательным значениям, кроме того, после имплантации происходит расширение области пассивного состояния. Срав-

ИОННО-ЛУЧЕВАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВА 36НХТЮ

нение величин коррозионного тока и тока начала пассивации показывает, что в имплантированных образцах эти токи более чем на порядок меньше, чем токи для образцов после обычной термической и механико-термической обработок. Натурные испытания мембранных блоков из сплава 36НХТЮ, имплантированных титаном, показали высокую коррозионную стойкость в морской воде.

Проведенные электронно-микроскопические исследования дислокационной

структуры приповерхностного слоя сплава 36НХТЮ после имплантации ионами азота и титана показали (рисунок 1), что на глубине, превышающей пробег ионов, наблюдается неоднородное распределение дислокаций, встречаются длинные прямолинейные дислокации со следами скольжения, а также дислокационные петли, возможно, вакансионного происхождения.

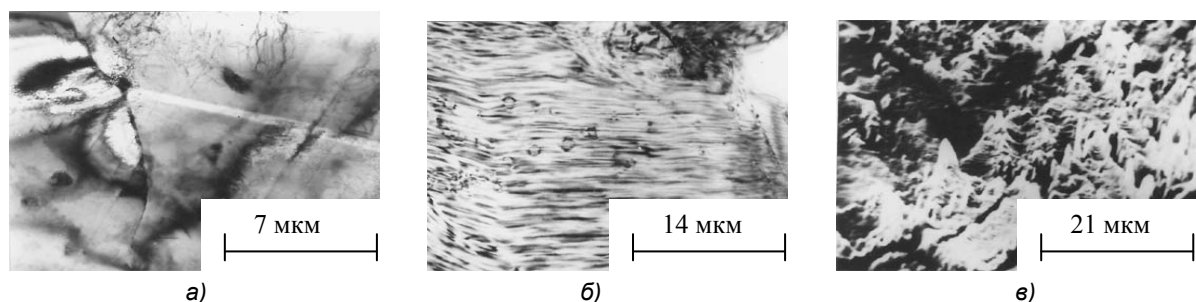


Рисунок 1 - Микроструктура сплава после ионной имплантации: а - дислокационные петли вакансионного происхождения (глубина $5 \div 10$ мкм); б - дислокационная структура под поверхность имплантированного слоя (глубина $15 \div 30$ мкм); в - распыление поверхности при ионной имплантации азота 5×10^{17} ион/см²

На рисунке 2 представлены типичные кривые накопления остаточной пластической деформации с ростом числа циклов нагружения для образцов в исходном состоянии и после имплантации азота с различными дозами облучения. Видно, что рост $\Delta \epsilon_{\text{ост}}$ протекает в несколько стадий, отличающиеся скоростью изменения. При этом особенностью кривой 1 для образцов без ионной имплантации является отсутствие монотонности хода на второй и третьей стадиях. При изменении числа циклов нагружения наблюдается возрастание $\Delta \epsilon_{\text{ост}}$, которое затем сменяется резким падением с последующим увеличением. Даже на заключительной стадии, характеризующейся наиболее интенсивным накоплением остаточной деформации и заканчивающееся разрушением, иногда наблюдается отклонение от монотонности хода. Структурными исследованиями было установлено, что причиной зигзагообразного хода кривых является образование микротрещин на поверхности образцов. Количество микротрещин значительно больше на наружной стороне, где действуют растягивающие напряжения, чем на сжимаемой, прилегающей к оправке. Возникая на растягиваемой или сжимаемой поверхностях, микротрещины приводят соответственно к резкому возрастанию или уменьшению $\Delta \epsilon_{\text{ост}}$.

Имплантация азота приводит к меньшей скорости накопления остаточной деформации, увеличивается циклопрочность, а колебательный характер изменения $\Delta \epsilon_{\text{ост}} \sim \ln N$ выражен значительно слабее. Кроме того, обнаружена дозовая зависимость степени накопления остаточной деформации.

В ходе металлографических исследований, проведенных дополнительно, было нами обнаружено, что имплантированный слой препятствует развитию процессов скольжения, полосы скольжения не образуются, что обусловлено наличием значительных сжимающих напряжений. После ионной имплантации основным механизмом разрушения является разрушение по границам зерен, а не разрушение, инициируемое полосами скольжения. В неимплантированных образцах, в которых в полосах скольжения образуются экструзии и в них зарождаются усталостные трещины. В имплантированных образцах повышение сопротивления усталости достигается за счет залечивания поверхностных дефектов и за счет подавления образования дислокационных каналов. Необходимо отметить, что при усталостных испытаниях наблюдается значительно меньший разброс экспериментальных данных.

Зависимость циклической стойкости от дозы облучения обусловлено распылением на поверхности образца (рисунок 1, в). Так,

СКАКОВ М.К., СИТНИКОВ А.А., ТУЯКБАЕВ Б.Т., АХМЕТЖАНОВ Б.К.

при дозе облучения 5×10^{17} ион/см² распыление препятствует формированию поверхностного имплантированного слоя, наблюдает-

ся интенсивное образование дефектов и их комплексов, снижающих не только циклическую, но и коррозионную стойкость.

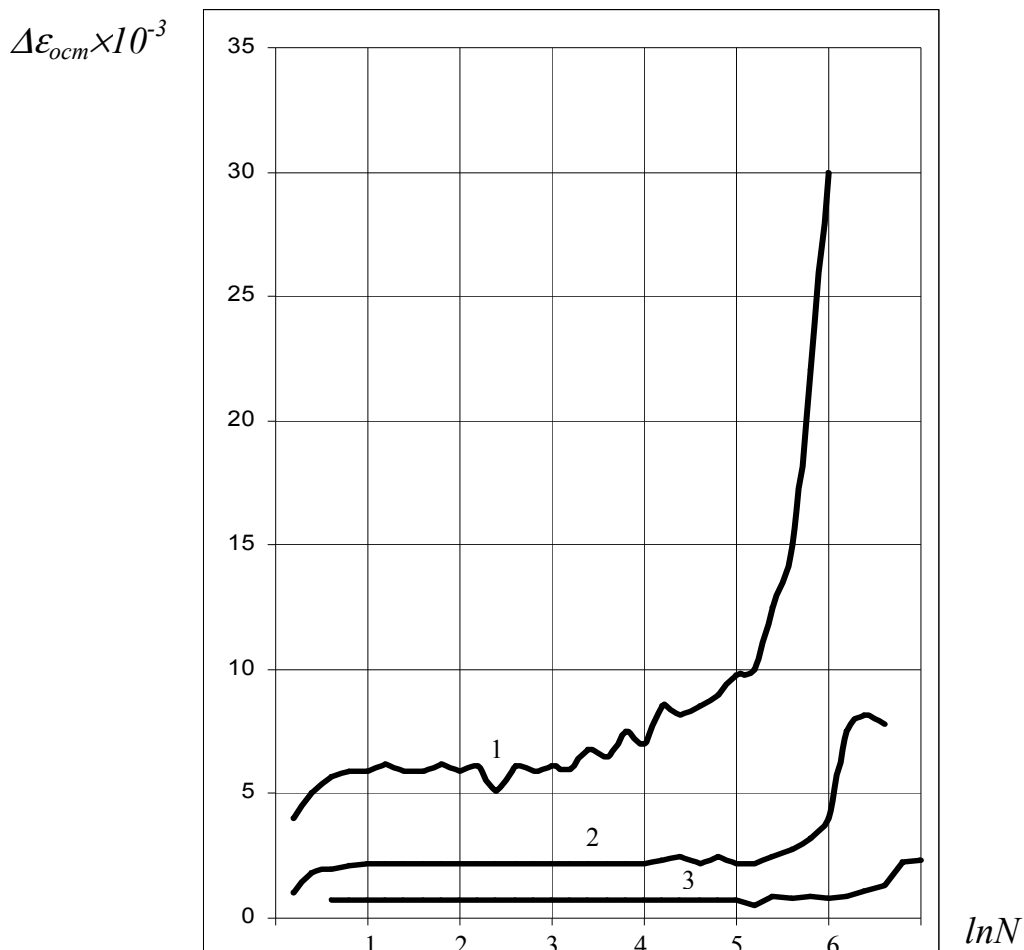


Рисунок 2 - Зависимость накопленной при циклировании микропластической деформации от числа циклов нагружения. (1-исходное состояние: закалка 970⁰ С, 2 мин., старение 700⁰ С, 4 часа; 2-ионная имплантация азота с дозой облучения 5×10^{17} ион/см²; 3 - то же, что и 2, доза облучения $1,2 \times 10^{17}$ ион/см²)

Для защиты мембранных блоков, работающих в атмосфере влажного воздуха с хлором, используют покрытия из тантала. Покрытия, полученные стандартными способами, не обеспечивают необходимой защиты и, кроме того, при работе в условиях повторного статистического нагружения наблюдаются дефекты типа отслоений, что ухудшает метрологические характеристики приборов. Для устранения имеющихся недостатков была проведена имплантация ионов тантала в заготовки для мембран. Результаты коррозионных испытаний показали высокую эффективность метода ионной имплантации.

В практике изготовления упругих чувствительных элементов широко используются

различные способы сварки элементов приборов с арматурой. При этом формируется структурная неоднородность в виде основного металла, зоны термического влияния и сварного шва. Как правило, в этих участках ранее всего наблюдаются различного вида коррозионные повреждения, включая питтинговую и межкристаллитную коррозии. Для защиты изделий от коррозионных повреждений весьма перспективно использование ионной имплантации, что подтвердили проведенные нами эксперименты. После ионной имплантации титаном, танталом происходит полное устранение всех видов структурных неоднородностей. При металлографических исследованиях не удалось установить разли-

ИОННО-ЛУЧЕВАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВА 36НХТЮ

чия в структурах основного металла, зоны термического влияния и сварного шва. Одновременно с увеличением коррозионной стойкости сварного соединения происходит повышение циклической прочности. Образование микротрещин наблюдается не только в области сварного соединения, но и в участках основного металла.

Заключение

Таким образом, проведенные экспериментальные исследования свидетельствуют, что имплантация ионами Ti^+ и Ta^+ с энергией ионов 100 кэВ и интегральной дозе облучения $5 \times 10^{16} \div 5 \times 10^{17}$ ион/см² приводит к формированию в сплаве 36НХТЮ имплантированного слоя порядка 15÷20 нм. Ионная имплантация Ti^+ позволяет резко увеличить коррозионную стойкость в морской воде, а имплантация Ta^+ – в среде влажного хлора. Имплантация ионами азота приводит к развитой дислокационной структуре в подповерхностных слоях, на глубинах, значительно превышающих пробег внедренных ионов, заживанию поверхностных дефектов и, как следствие, повышению циклической стойкости сплава.

Настоящая работа выполнена на осно-

вании Договора о сотрудничестве между Восточно-Казахстанским государственным университетом им. С. Аманжолова и Алтайским государственным техническим университетом им. И.И. Ползунова.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Комаров, Ф.Ф. Ионная имплантация в металлах/ Ф.Ф. Комаров; – М.: Металлургия. 1990.- С.216
2. Кадыржанов, К.К. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов/ К.К. Кадыржанов, Ф.Ф. Комаров, А.Д. Погребняк, В.С. Русаков, Т.Э. Туркебаев; - Изд-во Московского университета. 2005. - 640 с.
3. Суховаров, В.Ф. Прерывистое выделение фаз в сплавах/ В.Ф. Суховаров; - Новосибирск: Наука. 1983. - 168 с.

Скаков М.К., Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан;
Ситников А.А., д.т.н., проф., зам. проректора АлтГТУ им. И.И. Ползунова, E-mail: sitalan@mail.ru;
Туякбаев Б.Т., Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан;
Ахметжанов Б.К. Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан.