УДК 621.791

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ СОЗДАНИЯ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ

И.М. Полетика, Т.А. Крылова, С.А. Макаров

Институт физики прочности и материаловедения, г. Томск E-mail: poletika@list.ru

Методом наплавки в пучке релятивистских электронов и последующей импульсной обработки низкоэнергетическим электронным пучком получены хромсодержащие покрытия на низкоуглеродистой стали с ультрадисперсной и наноразмерной структурами, обладающей высокой твердостью и износостойкостью. При наноиндентировании обнаружены диаграммы «нагружениеразгрузка» нескольких типов.

Ключевые слова:

Электронно-лучевая наплавка, импульсная обработка, наноструктура, нанотвердость, износостойкость.

Key words:

Electron-beam surfacing, pulse treatment, nanostructure, nanohardness, wear resistant.

Введение

Различные технологии нанесения упрочняющих покрытий с использованием концентрированных источников энергии интенсивно развиваются в последние годы. Одним из таких источников является поток релятивистских электронов. Ускорители электронов позволяют выводить пучок с энергией 1...1,6 МэВ и мощностью до 100 кВт в атмосферный воздух, расплавлять любые тугоплавкие компоненты и соединения с последующей их кристаллизацией в виде высокотвердых, износостойких и коррозионно-стойких фаз, получать покрытия практически любого состава и назначения [1, 2].

Одним из путей дальнейшего модифицирования наплавленных покрытий может служить их перевод в ультрадисперсное и нанокристаллическое состояние, что приведет к качественному изменению механических и физико-химических свойств. Измельчения структуры покрытий можно добиться путем их переплавления низкоэнергетическими (5...30 кэВ) импульсными (30...200 мкс) электронными пучками, которые обеспечивают сверхвысокие (до 10^7 K/c) скорости нагрева, плавления и последующей кристаллизации. В работах [3, 4] выявлены и обоснованы режимы электронно-пучковой обработки в вакууме, позволяющие формировать приповерхностные слои с аморфной, нано- и субмикрокристаллической структурой.

Результаты исследований нанокристаллических материалов обобщены в работах [5–7]. Особый интерес представляет изучение механических свойств таких материалов, определение которых в локальных объёмах требует применения специальных методик, которые в настоящее время успешно развиваются. Это, прежде всего, силовой нанотестинг приповерхностных слоёв материалов. Вопросы наноиндентирования и нанотрибологии рассмотрены в работе [7].

Материалы и методы исследования

Методом вневакуумной (*P*=1000 гПа при 20 °C) электронно-лучевой наплавки при энергии элек-

тронов 1,4 МэВ, токе пучка 22,5 мА, площади пучка 1 см² и скорости поступательного перемещения образца под пучком 0,67 см/с на поверхности низкоуглеродистой стали Ст3 сформировали покрытия, используя в качестве наплавочного материала порошок карбида хрома (Cr₃C₂). Повторную электронно-лучевую импульсную обработку производили на лабораторной установке «Solo» (давление остаточного газа аргона в рабочей камере установки 10^{-2} Па) при энергии электронов 18 кэВ, плотности энергии пучка электронов *W*=15...45 Дж/см², длительности импульса излучения 200 мкс, частоте следования импульсов 0,3 Гц и их количестве 1-10. Образцы с исходной наплавкой перед облучением на установке «Solo» шлифовали и полировали до зеркального блеска.

Структуру исходных наплавленных слоёв исследовали методом металлографии на поперечных шлифах с помощью микроскопа «Neophot» при увеличении 500. Проводили также электронно-микроскопическое исследование образцов на микроскопе ЭМ-125 методом тонких фольг с привлечением методов электронной микродифракции с отдельных деталей микроструктуры и темнопольного изображения. Фазовый состав определяли на дифрактометре ДРОН-2М в кобальтовом излучении. Распределение хрома в наплавленных слоях исследовали на рентгеновском микроанализаторе САМЕВАХ. На приборе ПМТ-3 изучали распределение микротвердости в направлении от поверхности вглубь образца при нагрузке 50 г с шагом 40...100 мкм. В качестве индентора при измерении микротвердости использовали правильную четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине 136°. Проводили испытания на абразивный износ о незакрепленные абразивные частицы (с размером частиц не более 1,0 мм), подаваемые в зону трения и прижимаемые к образцу вращающимся резиновым роликом (ГОСТ 23.208-79).

Поверхность после вторичной электронно-лучевой обработки исследовали на микроскопе «Neophot» при увеличениях в 500–1000 раз и на растровом электронном микроскопе SEM-515 марки «Philips» при увеличениях в 2000–40000 раз. Фазовый состав слоёв, как и в предыдущем случае, определяли методом стандартного рентгеноструктурного анализа.

На приборе «Nano Hardness Tester» фирмы CSEM методом кинетической твердости на поперечных шлифах покрытий измеряли нанотвердость и ее распределение в слоях вторичной импульсной обработки. Метод позволял в одном цикле «нагружение-разгрузка» определять глубину невосстановленного h_{max} и восстановленного (пластического) h_{r} отпечатков и модуль упругости Юнга (по наклону tg а линейной части разгрузочной кривой). Измерение нанотвердости производили на глубине от 1 до 30 мкм при нагрузке на индентор 5...10 мН. Трение и износ в нанообъёмах исследовали с использованием трибометра «High Temperature Tribometer» при трении индентора о поверхность плоского образца, определяли коэффициент трения. Морфологию поверхности трека изучали на трехмерном профилометре «Micro Measure 3D Station». Анализ полученных данных с помощью компьютерной программы «Mountains Map Universal» позволил получить трехмерное изображение поверхности образца с треком и определить площадь трека в различных его сечениях. В качестве индентора использовали шарик из вольфрамового твердого сплава (марки ВК), прилагая к нему нагрузку 5 Н.

Результаты и их обсуждение

При наплавке на поверхности стали образуется слой толщиной 1,5 мм, содержащий 23...25 мас. % хрома. Методом рентгеноструктурного анализа в слое выявляется α-фаза (феррит). Присутствие карбидов хрома не обнаружено, что, по-видимому, связано с их дисперсностью и относительно небольшим количеством. Основная часть вводимого при наплавке хрома переходит в твердый раствор. Это подтверждается данными металлографического исследования, согласно которым структура слоя состоит из зёрен твердого раствора и небольшого количества перитектики, располагающейся в виде прослоек по границам зёрен (рис. 1, а), а также низкими значениями твердости и износостойкости (среднее значение микротвердости составляет 1750 МПа, коэффициент износостойкости покрытия равен 1,4), которые незначительно превышают таковые в исходном металле и могут быть связаны с твердорастворным упрочнением. Средний размер зерен феррита в наплавленном покрытии составляет 13 мкм.

Электронно-микроскопическое исследование показывает, что прослойки перитектики состоят из скоплений образований пластинчатой формы. Полученные с этих участков электронограммы имеют наборы рефлексов, принадлежащих α -фазе и карбидным фазам — соединениям Cr₃C₂, Cr₇C₃ и Cr₂₃C₆, иногда обнаруживаются рефлексы, связанные с выделениями цементита.

После импульсной электронно-лучевой обработки поверхностного слоя покрытий, предварительно наплавленных в пучке электронов, образуется зона переплава толщиной 10...20 мкм, где, в связи с высокой скоростью охлаждения из жидкого состояния, формируются ультрадисперсная и наноразмерная структуры (рис. 1, б, в). От границы жидкого металла с находящейся в твердом состоянии подложкой в направлении, обратном направлению теплоотвода, растут столбчатые кристаллы, которые дорастают до поверхности образца. Кристаллы внутри имеют дендритное строение и состоят из пакетов одинаково ориентированных дендритных зерен. Пакеты дендритов, принадлежащие различным кристаллам, повернуты друг относительно друга на некоторый угол. Разориентация пакетов хорошо видна, если посмотреть на поверхность обработки сверху (рис. 1, δ).

На лицевой поверхности покрытия наблюдаются верхушки проросших из расплава зерен дендритов (рис. 1, e). Из-за сверхвысокой скорости охлаждения расплава дендриты не успевают развиться до нужных размеров и заполнить все пространство слоя — промежутки между дендритами остаются свободными, образуется система пор. Сечения дендритных зерен имеют округлую форму, оси второго порядка не успевают сформироваться — наблюдаются лишь бугорки на боковой поверхности главных осей (рис. 1, δ , e). Что касается фазового состава слоёв импульсной обработки, кроме α -железа, других фаз методом рентгеноструктурного фазового анализа выявить не удалось.

Для количественного описания структурных изменений в зоне импульсного воздействия были



Рис. 1. Структура слоя наплавки карбидом хрома (а) и зоны импульсной обработки (б, в) при плотности энергии излучения: в) 20 и б) 30 Дж/см²



Рис. 2. Гистограммы распределений зерен (а) и пор (б) по размерам в слое импульсной обработки при W=20 Дж/см²

оценены (методом секущей) распределения зёрен и пор по размерам в боковом и поперечном сечениях главных осей дендритов. На рис. 2 приведены примеры гистограмм. Определенные из полученных распределений средние размеры дендритных зёрен и пор на поверхности покрытий после импульсной обработки в интервале значений плотности энергии излучения 15...45 Дж/см² соответственно равны 190...440 и 90...160 нм. Доля зерен с размером, меньшим или равным 100 нм, который, согласно общепринятому критерию, считается наноразмерным, составляет 25...30 %. Объемная доля пор — 13...15 %.

Проведены измерения нанотвердости в направлении от поверхности слоя импульсной обработки в слой исходной наплавки. Определены соответствующие значениям нанотвердости величины модулей упругости. Из анализа полученных результатов следует, что в зоне импульсного облучения твердость по Виккерсу HV и модуль упругости *E* достигают высоких значений, в отдельных случаях близких к твердости и упругости алмаза, но на одной и той же глубине проникновения индентора колеблются в широких пределах (рис. 3). Наблюдаемое явление связано с наличием в материале системы пор. При попадании индентора в зерно твердость возрастает, а при попадании в пору падает. Характерно, что в исходном наплавленном состоянии увеличения твердости по сравнению со стальной подложкой фактически не было. Причиной роста твердости после импульсной обработки служит формирование ультрадисперсной и наноразмерной структуры, обладающей уникальными свойствами.

При наноиндентировании регистрируются диаграммы «нагружение-разгрузка» нескольких типов:

- преимущественно упругой деформации, когда кривые нагружения и разгрузки очень близки или сливаются (рис. 4, *a*);
- для которых вклад упругой и пластической деформации под контактной площадкой становится сопоставимым или пластическая деформация преобладает – кривые нагружения и разгрузки не совпадают (рис. 4, *δ*);
- с площадкой на кривой нагружения, что соответствует попаданию индентора в пору (рис. 4, *в*); Диаграммы, аналогичные типам 1 и 2, получен-

ные при наноиндентировании широкого круга ма-



Рис. 3. Гистограммы распределений зерен (а) и пор (б) по размерам в слое импульсной обработки при W=20 Дж/см²



Рис. 4. Типы диаграмм «нагружение-разгрузка», полученных при измерении нанотвердости; глубина измерения: а) 3; б) 5; в) 9 мкм

териалов (Fe, Al, Cu, Au, Nb, Au, Ta, W и др.), наблюдались и в работе [7]. Кривая «нагружение-разгрузка» на диаграммах типа 1, характеризующаяся малой пластичностью, в этой работе связывается с начальными стадиями развития пластической деформации, когда дислокационные механизмы еще не работают, и происходит зарождение и перемещение точечных дефектов (междоузельных атомов, кластеров, нанодвойников и др.). Кривая на диаграммах типа 2 с большим вкладом пластической деформации свидетельствует о включении дислокационных механизмов течения — зарождении и движении дислокационных петель при достижении ими критического радиуса (источники Франка–Рида).

На трибометре «High Temperature Tribometer» проводили испытания образцов с покрытиями до и после импульсной обработки на износостой-кость, определяли коэффициент трения *f*. Для

оценки сопротивления покрытий износу измеряли площади треков в их поперечных сечениях ΔS . Для каждого из треков находили по 4 значения площадей и вычисляли их средние арифметические значения.

Исследование показало, что после импульсной обработки образцов коэффициент трения f понижается (рис. 5, a, δ). Если значение коэффициента трения в исходной наплавке карбидом хрома равно 0,85, то после импульсной обработки оно уменьшается в зависимости от плотности энергии излучения W до 0,40...0,55. Аналогичным образом меняются площади треков (a – высота трека, b – ширена трека) (рис. 5, e, e), текущие и средние значения которых приведены в таблице. У исходных наплавленных образцов среднее значение площади поперечного сечения трека ΔS равно 20433 мкм². После импульсной обработки при плотностях энергии 20...40 Дж/см² средние значения ΔS пони-



Рис. 5. Изменение коэффициентов трения на пути износа (а, б) и площади поперечных сечений треков (в, г) в исходной наплавке (а, в) и после импульсной обработки (б, г)

жаются и составляют, в зависимости от режима облучения, 141...10069 мкм²

Обращает на себя внимание наличие неровностей на поверхности треков (рис. 5, *в*, *г*), которые свидетельствуют о выламывании при износе отдельных фрагментов покрытия. Очевидно, твёрдости индентора, сопоставимой с твёрдостью покрытия, не хватает для равномерного удаления материала — удаляются целые области, в которых накапливаются напряжения сжатия.

Для количественной оценки сопротивляемости покрытий износу при изнашивании индентором нами был введён условный коэффициент износостойкости K, который определяли из отношения средних значений площадей треков ΔS_1 и ΔS_2 в образцах с наплавкой до и после импульсной обработки. Значения коэффициента K для всех использованных режимов импульсной обработки также приведены в таблице.

| ИЗF ИМ | износостоикости К в исходнои наплавке и в сло импульсной обработки | | | | | |
|--------------|---|----------------------|--|--|--|--|
| Vanauranueru | Исходная | Импульсная обработка | | | | |
| Арактеристи- | | | | | | |

Таблица. Значения площадей треков ΔS и коэффициента

| | Характеристи- ки слоев | Исходная | импульсная обработка | | | | | |
|--|---------------------------|----------|----------------------|-------|------|------|-------|--|
| | | наплавка | <i>W</i> , Дж/см² | | | | | |
| | | 9400 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 | |
| | Δ S , MKM ² | 24534 | 2201 | 165 | 2767 | 6454 | 11062 | |
| | | 15574 | 2968 | 86,7 | 3202 | 9242 | 10850 | |
| | | 16593 | 2053 | 139 | 2655 | 6908 | 8202 | |
| | | 25031 | 3611 | 177 | 2873 | 7502 | 10164 | |
| | $\Delta S_{ m cp}$, мкм² | 20433 | 2708 | 141 | 2874 | 7526 | 10069 | |
| | K | - | 7,5 | 143,9 | 7,1 | 2,7 | 2,0 | |
| | | | | | • | | | |

Анализ полученных значений K показывает, что при испытаниях слоев импульсной обработки износостойкость существенно возрастает по сравнению с исходной наплавкой. Максимальное значение коэффициента K, равное 144, достигается при плотности энергии импульсного излучения $W=25 \text{ Дж/см}^2$. Меньшее значение коэффициента Kпри $W=20 \text{ Дж/см}^2$ связано с недостатком энергии импульсного излучения для равномерного проплавления слоя — на поверхности покрытия видны не проплавленные участки и капли застывшего расплава. При увеличении энергии W наблюдается снижение износостойкости (уменьшение K), кото-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Ауслендер В.Л., Салимов Р.А. Ускоритель электронов Института ядерной физики СО РАН СССР для народного хозяйства // Атомная энергия. – 1978. – Т. 44. – Вып. 5. – С. 403–405.
- Полетика И.М., Голковский М.Г., Борисов М.Д., Салимов Р.А., Перовская М.В. Формирование упрочняющих покрытий методом наплавки в пучке релятивистских электронов // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 5. – С. 29–41.
- Rotshtein V., Ivanov Yu., Markov A. Surface treatment of materials with low-energy, high-current electron beams. Charter 6 in Book: Materials surface processing by directed energy techniques. – P. 205–240 / Ed. by Y. Pauleau. – Paris: Elsevier, 2006. – 763 p.

рое можно связать с ростом среднего размера зерна в зоне импульсной обработки.

При испытаниях величина площади контакта индентора с образцом сопоставима с размерами структурных составляющих. Как показывают оценки, проведенные на основании измерения ширины треков у поверхности износа и определения размеров зерен и пор в слое импульсной обработки, при испытаниях на износ с индентором соприкасается всего от 400 до 700 зерен, и нагрузка на отдельное зерно велика. Поэтому следует рассматривать деформацию отдельных зерен. Поскольку дендритные зерна в покрытии имеют ферритную структуру (выделения вторых фаз не обнаружены), при нагружении индентором зерна феррита, который является самой мягкой фазой в стали, пластически деформируются без разрушения. Высокая износостойкость в данном случае связана с малым размером зерна и является особенностью ультрадисперсной и наноразмерной структуры.

Заключение

- Наплавкой на ускорителе электронов и последующей импульсной обработкой низкоэнергетическим электронным пучком в покрытиях, наплавленных карбидом хрома, сформированы ультрадисперсные и наноразмерные слои с развитой системой пор. Значения нанотвердости покрытий меняются в широких пределах, достигая значений 50...55 ГПа.
- При наноинденировании наблюдаются диаграммы «нагружение-разгрузка» нескольких типов, соответствующих различному вкладу упругой и пластической деформации в локальных участках покрытия. Попадание индентора в пору сопровождается образованием площадки на кривой нагружения.
- Коэффициенты трения и площади поверхностей износа покрытий в локальных объемах после импульсной обработки уменьшаются в 2...7 раза по сравнению с исходной наплавкой. При формировании однородной наноразмерной структуры достигается износостойкость, равная 140...145.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 09-03-12039 офи-м).

- Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н., Овчаренко В.Е. Электронно-пучковая модификация твердого сплава TiC-NiCr. Рельеф поверхности обработки // Известия вузов. Черная металлургия. – 2007. – № 12. – С. 59–60.
- Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные материалы. М.: Издательский центр «Академик», 2005. – 192 с.
- Рамбиди Н.А., Берёзкин А.В. Физические и химические основы нанотехнологий. – М.: Физматлит, 2008. – 456 с.
- Головин Ю.А. Введение в нанотехнику. М.: Машиностроение, 2007. – 496 с.

Поступила 09.12.2010 г.