

На правах рукописи



Денисова Юлия Александровна

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СТАЛЯХ, ОБРАБОТАН-
НЫХ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМ ИНТЕНСИВНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ
ПУЧКОМ МИКРОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Томск – 2011

Работа выполнена в Учреждении Российской академии наук Институте сильно-
точной электроники Сибирского отделения РАН и
Национальном исследовательском Томском государственном университете

Научный руководитель: доктор физико-математических наук,
доцент
Иванов Юрий Федорович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор
Дударев Евгений Федорович

доктор физико-математических наук,
профессор
Конева Нина Александровна

Ведущая организация: Учреждение Российской академии наук
Институт физики прочности и
материаловедения Сибирского отделения РАН

Защита состоится « 16 » февраля 2012 г. в 16³⁰ часов на заседании диссертацион-
ного совета Д 212.267.07 при Томском государственном университете, располо-
женном по адресу: 634050, Томск, пр. Ленина, 36.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Томского государственного
университета

Автореферат разослан « 12 » января 2012 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
д. ф.-м. н., профессор

И.В. Ивонин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Наиболее интенсивным механическим, химическим, тепловым и другим видам воздействия, приводящим к преждевременному выходу из строя механизмов и изделий, как правило, подвергаются поверхностные слои деталей. В настоящее время широкое применение находят методы модификации поверхности металлов и сплавов, основанные на использовании концентрированных потоков энергии (КПЭ). К их числу относятся интенсивные импульсные лазерные, электронные и ионные пучки, потоки плазмы. Общим для всех обработок, основанных на использовании КПЭ, являются высокие скорости нагрева и охлаждения (10^6 - 10^{11} К/с) и весьма малые (10^{-6} - 10^{-3} с) времена нахождения материала при высоких температурах. Градиент температур, формирующийся при таком виде воздействия на поверхности и в приповерхностных слоях обрабатываемых материалов, может достигать 10^9 К/м. При обработке КПЭ одновременно могут осуществляться радиационное, тепловое и 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. Значительный вклад в развитие представлений о влиянии КПЭ на различные материалы внесли Садовский В.Д., Счастливцев В.М., Григорьянц А.Г., Ярьсько С.И., Рыкалин Н.Н., Поболь И.Л., Энгелько В.И., Шулов В.А., Калинин Б.А., Яловец А.П., Коротаев А.Д., Углов В.В., Погребняк А.Д., Ротштейн В.П., Марков А.Б., и др. Безусловно, этот список не является исчерпывающим.

Одними из наиболее перспективных для обработки поверхности материалов являются методы, основанные на использовании импульсных электронных пучков. Основное преимущество импульсных электронных пучков, по сравнению с другими видами КПЭ, заключается в возможности варьирования глубиной проникновения электронов в материал в широком диапазоне, что позволяет управлять динамикой тепловых полей и волн напряжений. Возможность изменения плотности энергии пучка, длительности импульса и энергии электронов в широких пределах, а также практически полное поглощение электронов в сочетании с объемным характером выделения энергии делают импульсные электронные пучки высокоэффективным инструментом для управления структурой, фазовым составом и, следовательно, физико-механическими свойствами металлов и сплавов.

В научной литературе к моменту постановки задачи настоящей диссертационной работы были достаточно последовательно выполнены исследования и проведен анализ влияния высокоэнергетического (50-130 кэВ, 5-250 мкс) и низкоэнергетического (5-40 кэВ, до 8 мкс) электронных пучков на структуру и свойства металлов и сплавов. Практически не было работ, в которых бы анализировалось формирование фазового состава, дефектной субструктуры и свойств металлов и сплавов, обработанных низкоэнергетическим (до 25 кэВ) интенсивным электронным пучком с длительностью импульса 30...200 мкс.

Исследования проводились в соответствии с программами фундаментальных исследований СО РАН Проекты П.7.4.1., П.7.4.2., грантом Президиума РАН (ПП27.4) и поддержаны грантами РФФИ (№ 05-02-39008-ГФЕН_а, № 08-08-99063-р_офи) и грантом US CRDF № TO-016-02.

Целью диссертационной работы является исследование закономерностей формирования структурно-фазового состояния, анализ механизмов упрочнения сталей конструкционного и инструментального назначения, предварительно прошедших различную термическую и химико-термическую обработку, в условиях высокоскоростного нагрева и охлаждения, инициированных облучением низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности (далее по тексту интенсивным электронным пучком).

Для достижения этой цели в работе решались следующие **задачи**:

1. Выполнить исследования фазового состава и микроструктуры, формирующихся в результате обработки интенсивным электронным пучком в приповерхностных слоях конструкционных и инструментальных сталей, подвергнутых различной предварительной термической обработке.
2. Провести исследования эволюции структурно-фазового состояния цементированного слоя, выявить оптимальные режимы комплексной обработки, заключающейся в науглероживании поверхностного слоя материала, ультразвуковом ударном воздействии и последующей обработке интенсивным электронным пучком.
3. Выявить влияние обработки интенсивным электронным пучком на твердость приповерхностных слоев конструкционных и инструментальных сталей, установить оптимальные режимы облучения, способствующие повышению прочностных характеристик поверхностного слоя материала.
4. Выполнить анализ механизмов упрочнения (разупрочнения) стали, обработанной интенсивным электронным пучком, и вскрыть физическую природу изменения свойств поверхностного слоя материала.
5. Выработать рекомендации, позволяющие использовать интенсивный электронный пучок для обработки поверхности сталей.

Научная новизна работы заключается в том, что впервые:

1. Получены систематические экспериментальные данные о структурно-фазовых превращениях, протекающих в сталях различного назначения при воздействии низкоэнергетического интенсивного электронного пучка микросекундной длительности (энергия электронов 15 - 18 кэВ, плотность энергии пучка электронов 2 - 30 Дж/см², длительность импульса пучка 30 мкс и 50 мкс, частота следования импульсов 0,3 с⁻¹).
2. Выявлены качественные и количественные закономерности изменения параметров, характеризующих фазовый состав и дефектную субструктуру сталей, обработанных интенсивным электронным пучком.
3. Проведен сравнительный анализ процессов, протекающих при структурно-фазовых превращениях стали 15НЗМА после цементации, ударной ультра-

звуковой обработки и облучения интенсивным электронным пучком.

4. Выявлены механизмы упрочнения поверхностного слоя стали, подвергнутой обработке интенсивным электронным пучком.

Практическая значимость работы заключается в том, что:

1. Впервые с использованием источника импульсных интенсивных низкоэнергетических электронных пучков микросекундной длительности осуществлена обработка поверхности сталей конструкционного и инструментального назначения и накоплена экспериментальная информация о закономерностях формирования структурно-фазового состояния приповерхностных слоев сталей при такой обработке. Показано, что низкоэнергетические интенсивные электронные пучки микросекундной длительности могут быть использованы для целенаправленной модификации структуры и свойств поверхностного слоя сталей.

2. Выявлено влияние исходного структурно-фазового состояния стали на структуру, формирующуюся при обработке низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности, что позволяет управлять физико-механическими свойствами поверхностного слоя облучаемого материала.

Положения, выносимые на защиту:

1. Однородная наноразмерная закалочная структура (мартенсит + аустенит) с поперечными размерами кристаллов мартенсита менее 100 нм при облучении низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности формируется в отожженных сталях при закалке только из жидкофазного состояния, достигаемого при параметрах пучка: энергия электронов 15 кэВ, плотность энергии 12 - 15 Дж/см², длительность импульса 50 мкс, а в закаленных сталях – из твердофазного состояния в подслое, образующемся при параметрах пучка: энергия электронов 18 кэВ, плотность энергии 10 Дж/см², длительность импульса 30 мкс.

2. При обработке стали низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности (плотность энергии 10 Дж/см², длительность импульса 30 мкс, частота следования импульсов 0,3 с⁻¹, число импульсов 5...30) увеличивается (в 6...7 раз) степень равноосности формирующихся наноразмерных кристаллов мартенсита и частиц карбидной фазы (цементита) игольчатой морфологии. Образование наноразмерной мартенситной структуры приводит к повышению нанотвердости поверхностного слоя предварительно закаленной стали 38ХН3МФА в 1,4 - 1,7 раз.

3. В условиях импульсной электронно-пучковой обработки (энергия электронов 15-18 кэВ, плотность энергии 10 Дж/см²; длительность импульса 30, 50 мкс) науглероженной стали 15Н3МА происходит глобуляризация пластин цементита в поверхностном слое как в твердой, так и в жидкой фазе.

4. Комплексная обработка низкоуглеродистой слаболегированной стали 15Н3МА, включающая науглероживание, ударное ультразвуковое воздействие (частота колебаний 22 кГц, амплитуда колебаний 15 мкм) и облучение низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности

(энергия электронов 18 кэВ, плотность энергии 10 Дж/см², длительность импульса 30 мкс); промежуточное ударное ультразвуковое воздействие ускоряет процесс растворения частиц карбидной фазы при электронно-пучковом воздействии, что способствует стабилизации остаточного аустенита и снижению микротвердости поверхностного слоя.

Достоверность полученных экспериментальных результатов, обоснованность выносимых на защиту положений, выводов, сформулированных в работе, обеспечивается корректностью постановки решаемых задач, их физической обоснованностью, применением современных экспериментальных методов исследования структуры и механических свойств, использованием современного оборудования и программного обеспечения для анализа полученных результатов, воспроизводимостью результатов, отсутствием противоречий экспериментальных результатов с данными других авторов.

Личный вклад автора состоит в проведении экспериментов, обработке полученных результатов, совместных с научным руководителем постановке задач диссертации, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, написании статей по теме диссертации.

Апробация работы. Результаты работы докладывались и обсуждались на: Международных конференциях по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов (г. Томск, 2004, 2006), Международных конференциях по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (г. Томск, 2004, 2008), Сессии молодых ученых НОЦ “Физика и химия высокоэнергетических систем” (г. Томск, 2004), IX Российской научной студенческой конференции «Физика твёрдого тела» (г. Томск, 2004), Международной школе-конференции молодых ученых “Физика и химия наноматериалов” (г. Томск, 2005), Всероссийской конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем» (г. Томск, 2005), II Международном Крейнделевском Семинаре «Плазменная эмиссионная электроника» (г. Улан-Удэ, 2006), Третьей Всероссийской конференции молодых ученых «Фундаментальные проблемы новых технологий в 3-м тысячелетии» (г. Томск, 2006), Международной научно-технической конференции «Проблемы сварки, родственных процессов и технологий» (г. Николаев, 2009).

Публикации. По результатам диссертации опубликовано 7 статей в рецензируемых журналах и изданиях, определенных ВАК, 14 докладов в сборниках трудов конференций.

Структура работы. Диссертация состоит из введения, четырех разделов, заключения и списка литературы. Работа изложена на 220 страницах, содержит 94 рисунка и 8 таблиц. Библиографический список включает 310 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель работы, положения, выносимые на защиту, научная новизна полученных результатов и их практическая значимость, представлена структура диссертации.

В первой главе «Модификация металлов и сплавов концентрированными потоками энергии» представлен обзор литературных данных об особенностях и закономерностях формирования структуры и свойств металлов и сплавов, подвергнутых обработке концентрированными потоками энергии (лучи лазера, потоки плазмы, электронные и ионные пучки). В результате выполненного анализа определены основные задачи диссертационной работы.

Во второй главе «Материалы, методы обработки и методы исследования» описаны материалы, режимы термической и химико-термической обработок, методы модификации поверхности материалов и методы исследований. В качестве материалов исследования были выбраны углеродистая сталь 45, легированные стали (38ХНЗМФА, 15НЗМА) и высоколегированные стали (Р6М5, 13Х11Н2В2МФ). Исследованные в работе стали соответствуют ГОСТ 1050-74, 4543-71, 19265-73, 4543-71, 5632-72.

Исследуемые стали подвергались предварительной термической (химико-термической) обработке (Таблица 1), целью которой являлось формирование определенной структуры и фазового состава.

Таблица 1. Режимы термической и химико-термической обработок сталей

Марка стали	Режим термической и химико-термической обработок
45	Отжиг при температуре 810 °С в течение 20-30 мин. Охлаждение с печью.
38ХНЗМФА	Закалка от 1200 °С (1,5 часа) в воде.
13Х11Н2В2МФ	Закалка от 1000 °С (1 час) в масле, высокотемпературный отпуск при 660 °С (1,5 часа).
Р6М5	Закалка от 1200°С в масле, тройной отпуск при 560°С. Выдержка при каждом отпуске 1 час.
15НЗМА	Цементация в твердом карбюризаторе при 950°С в течение 4 часов

Ударное ультразвуковое воздействие на поверхность образцов из стали 15НЗМА после цементации производили с помощью установки 160 УЗТК – 18/22 – 0/25 мощностью 200 Вт, которая обеспечивала пластическое деформирование поверхности на глубину до 700 мкм. Деформирование поверхности осуществляли твердосплавным индентором со сферическим закруглением, который совершал колебания с частотой 22 кГц и амплитудой 15 мкм. Пружина обеспечивала прижим индентора к поверхности образца с усилием 50 – 70 Н. Ударную ультразву-

ковую обработку образцов осуществляли с целью измельчения карбидной сетки, формирующейся по границам перлитных колоний в результате цементации стали.

Облучение образцов проводили на установке «SOLO» (Учреждение Российской академии наук Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН, г. Томск) низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности. Параметры электронно-пучковой обработки сталей приведены в таблице 2.

Таблица 2. Параметры электронно-пучковой обработки сталей

Материал	E_s , Дж/см ²	U , кэВ	τ , мкс	Число импульсов
Сталь 45	8, 10, 12	15	50	5
38ХНЗМФА	10	18	30	5, 10, 15, 20, 25,
13Х11Н2В2МФ	2, 4, 6, 8, 10	15	50	1
Р6М5	6, 8, 10, 12, 15	15	50	3
15НЗМА	10	18, 15	30, 50	5

E_s – плотность энергии электронного пучка, U – энергия электронов, τ – длительность импульса электронного пучка.

Исследования образцов проводили на оптических микроскопах ММР-4 и OLYMPUS GX71, растровом электронном микроскопе «Philips SEM 515», просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125. Рентгеноструктурный анализ выполнялся на дифрактометрах ДРОН-3,0 и Shimadzu XRD. Микротвердость исследуемых материалов определяли на микротвердомере ПМТ-3. Нанотвердость измеряли с помощью прибора “Nano Hardness Tester” фирмы CSEM.

В третьей главе «Влияние облучения низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности на структуру и фазовый состав поверхностного слоя ряда сталей» представлены результаты исследований структуры, фазового состава и особенностей тонкой структуры приповерхностных слоев сталей 45, 38ХНЗМФА, 13Х11Н2В2МФ, Р6М5, облученных интенсивным электронным пучком. Проведен анализ изменения микро- и нанотвердости поверхностного слоя стали 38ХНЗМФА в зависимости от количества импульсов воздействия при постоянных плотности энергии и длительности импульса, а также изменения микротвердости поверхностного слоя стали Р6М5 в зависимости от плотности энергии электронного пучка.

Показано, что воздействие интенсивного электронного пучка ($\tau = 30$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) на закаленную **сталь 38ХНЗМФА** приводит к изменению микротвердости на глубину до 100 мкм (рис. 1). Распределения микротвердости и нанотвердости по глубине имеют немонотонный характер, что указывает на изменение структуры поверхностного слоя по толщине. Максимальная величина нанотвердости наблюдается в слое, расположенном на глубине 3 - 10 мкм. С ростом числа импульсов воздействия значения нанотвердости данного слоя снижаются (с ~12 до ~9,5 ГПа), а его толщина увеличивается.

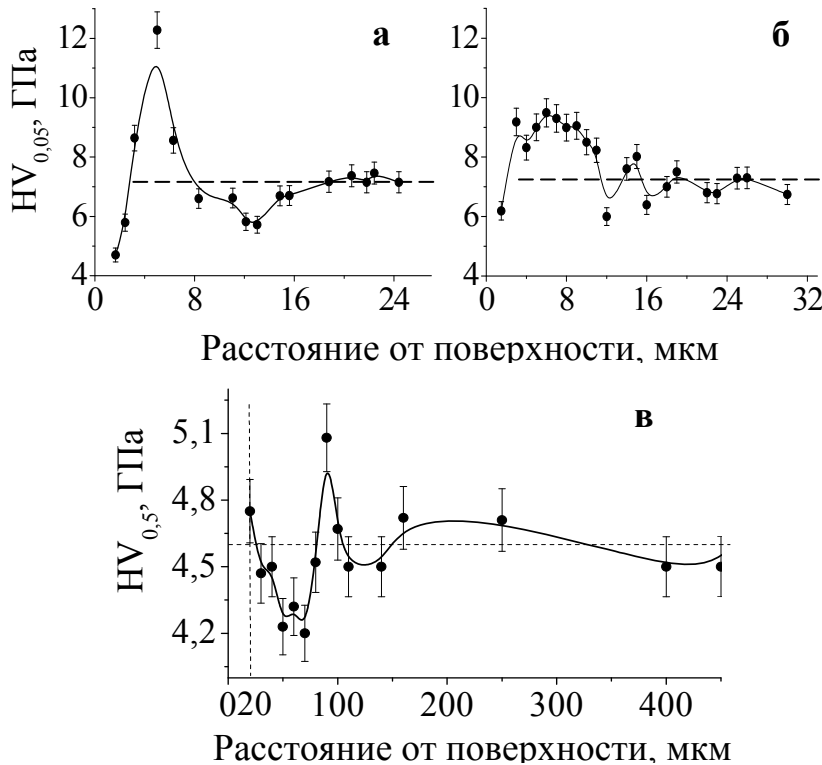


Рис. 1. Распределение нано- (а, б) и микротвердости (в) по глубине образца стали 38ХНЗМФА, обработанного интенсивным электронным пучком ($\tau=30$ мкс, $E_s=10$ Дж/см²); а – $N=10$ имп., б, в – $N=30$ имп. Пунктирные горизонтальные прямые указывают нано- и микротвердость объемно закаленной стали.

ровался в результате плавления стали, высокоскоростной кристаллизации расплава и его последующей закалки. Изучение структуры поверхности хрупкого скола подтвердили наличие данного слоя. Структурно-фазовое состояние нижележащего слоя сформировалось в результате высокоскоростной вторичной закалки (перезакалки) стали, т.е. в результате полиморфного $\gamma \Rightarrow \alpha$ превращения с образованием кристаллов мартенсита.

Методами дифракционной электронной микроскопии установлено, что обработка стали интенсивным электронным пучком привела к значительному измельчению исходной структуры слоя, расположенного на глубине 3 - 5 мкм (таблица 3, рис. 2). В этом слое наблюдается преимущественно структура пакетного (реечного) мартенсита, занимающая $0,90 \pm 0,05$ объема (рис. 3). Кристаллы пластинчатого мартенсита, имеющие линзовидную форму, группируются отдельными областями, расположенными в стыках или вдоль границ бывших зерен аустенита. Средние размеры кристаллов пластинчатого мартенсита (143 ± 7) нм.

Статистический анализ элементов структуры стали, образовавшейся на глубине 3 - 5 мкм, показал, что с ростом числа импульсов облучения увеличиваются

Исследование стали, обработанной интенсивным электронным пучком, выявило значительное отличие микроструктуры поверхностного слоя толщиной ~10 мкм от структуры нижележащих слоев. При этом толщина модифицированного слоя практически не изменяется при изменении числа импульсов электронно-пучкового воздействия в пределах 5...30 импульсов, однако приводит к размытию границы раздела модифицированного слоя и основного объема материала. Поверхностный слой толщиной 2...3 мкм, структура которого не выявляется традиционным травлением, сформировался

средние размеры пакетов и кристаллов пакетного мартенсита (рис. 2). Отношение продольных размеров к поперечным для кристаллов пакетного мартенсита $k = L/D = 5$, пакетов – $k = 1,2$. После объемной закалки стали 38ХНЗМФА средние продольные размеры кристаллов пакетного мартенсита примерно в 30 раз превосходят средние поперечные размеры, а пакетов в 2 раза.

Таблица 3. Характеристики структуры закаленной стали 38ХНЗМФА

Структурный элемент	Параметры структуры		
	*D, мкм	*L, мкм	*ΔV
Пакет	$7,5 \pm 0,05$	$15,3 \pm 0,05$	$0,7 \pm 0,05$
Рейка	$0,48 \pm 0,02$	$14,9 \pm 0,05$	
Пластина высокотемпературная	$2,6 \pm 0,05$	$16,7 \pm 0,05$	$0,3 \pm 0,05$
Зерно	640 ± 10		

*D – поперечные, L – продольные размеры.

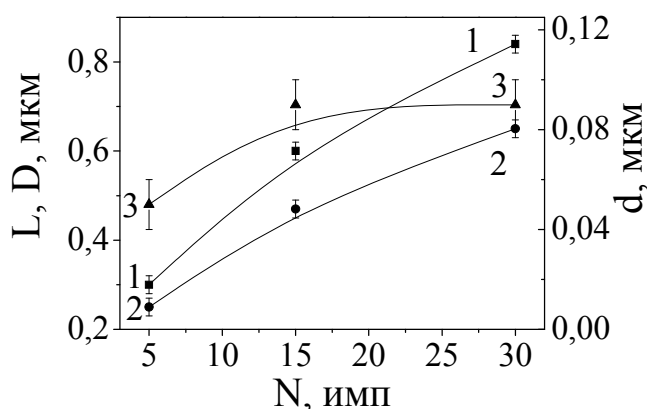


Рис. 2. Зависимость средних продольных L (кривая 1) и поперечных размеров реек d (кривая 2) размеров пакетов и поперечных размеров реек d (кривая 3), расположенных в слое на глубине 3...5 мкм, от числа импульсов облучения N .

Следовательно, высокоскоростная перезакалка приводит к формированию в приповерхностном слое стали пакетного мартенсита, пакеты и кристаллы которого имеют более равноосную форму по сравнению с мартенситом объемно закаленной стали. Остаточный аустенит после электронно-пучковой обработки стали обнаруживается в виде тонких прослоек в единичных случаях, что указывает на его малую объемную долю.

В поверхностном слое, образованном в результате высокоскоростной кристаллизации расплава, выявляются зерна двух типов. В зернах первого типа наблюдается структура

пакетного мартенсита с более крупными размерами пакетов и кристаллов по сравнению со структурой, расположенной на глубине 3 - 5 мкм. В зернах второго типа наряду с кристаллами мартенсита обнаруживается субзеренная структура. Размеры субзерен 200 - 500 нм; скалярная плотность дислокаций $\sim 5,1 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Субзерна располагаются преимущественно вдоль границ зерен. С увеличением числа импульсов облучения относительное содержание субзеренной структуры в поверхностном слое снижается.

В слое, расположенном на глубине 60-70 мкм, обнаружена структура, характерная для высокотемпературного отпуска стали. Наблюдается фрагментация кристаллов мартенсита и разрушение границ, разделяющих кристаллы, снижение скалярной плотности дислокаций и формирование частиц цементита округлой формы

размером 20...100 нм.

Из анализа механизмов упрочнения стали 38ХНЗМФА, обработанной интенсивным электронным пучком, следует, что основным механизмом повышения нанотвердости на 40...70% слоя, расположенного на расстоянии 3 - 5 мкм от поверхности облучения, является механизм Холла-Петча.

Облучение закаленных и отпущенных сталей **13Х11Н2В2МФ** и **Р6М5** интенсивным электронным пучком в режиме твердофазного преобразования структуры ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 2-8$ Дж/см²) приводит к дальнейшему отпуску мартенситной структуры. Наблюдается снижение скалярной плотности дислокаций, разрушение малоугловых границ кристаллов мартенсита и миграция границ, разделяющих кристаллы мартенсита и пакеты, а также формирование в стыках пакетов и пластин мартенсита субзеренной структуры и преобразование частиц карбидной фазы, присутствующих в исходном состоянии сталей. При плотности энергии пучка 6 - 8 Дж/см² одновременно с изменением структуры мартенсита протекают процессы $\alpha \Rightarrow \gamma$ превращения. Образующийся аустенит располагается островками (сталь Р6М5), а также тонкими прослойками в стыках и вдоль границ пакетов и кристаллов мартенсита (стали 13Х11Н2В2МФ и Р6М5).

При обработке стали **13Х11Н2В2МФ** интенсивным электронным пучком в режиме оплавления поверхности ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) в поверхностном слое формируется мелкозернистая (0,5 - 5 мкм) структура на основе α -фазы. Структуры полиморфного $\alpha \Rightarrow \gamma \Rightarrow \alpha$ превращения не формируются. По нашему мнению это обусловлено обогащением поверхностного слоя хромом, являющимся стабилизатором α -фазы, что приводит к подавлению процесса $\alpha \Rightarrow \gamma \Rightarrow \alpha$ превращения.

Электронно-пучковая обработка сталей **Р6М5** с оплавлением поверхности ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 10 - 12$ Дж/см²) приводит к неполному растворению частиц карбидной фазы и формированию закалочной структуры, содержащей кристаллы мартенсита, остаточный аустенит и частицы карбидной фазы. Отличительной особенностью формирующегося мартенсита являются малые размеры пакетов и кристаллов мартенсита, поперечные размеры которых изменяются в пределах 50...80 нм.

Интенсивное плавление поверхностного слоя стали Р6М5 и полное растворение расположенных в нем частиц карбидной фазы наблюдается при обработке электронным пучком по режиму $\tau = 50$ мкс, $E_s = 15$ Дж/см². Высокоскоростное охлаждение стали приводит к формированию в поверхностном слое многофазной нано- и субмикроструктурной структуры ячеистой кристаллизации. Ячейки

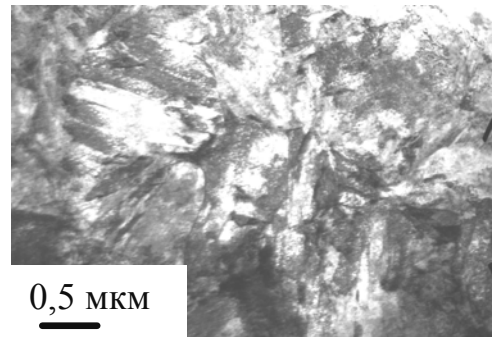


Рис. 3. Структура стали 38ХНЗМФА, сформировавшаяся на расстоянии 3 - 5 мкм от поверхности облучения ($\tau=30$ мкс, $E_s=10$ Дж/см², $N = 30$ импульсов).

кристаллизации размерами 100...200 нм сформированы α -фазой или γ -фазой на основе железа. По границам ячеек располагаются выделения карбидной фазы. По границам ячеек α -фазы формируются частицы карбида состава M_6C ; по границам ячеек γ -фазы - частицы карбида состава MC . Слой со структурой ячеистой кристаллизации граничит со слоем, в котором прошла частичная перезакалка стали с формированием кристаллов мартенсита преимущественно пластинчатой морфологии, расположенных в зернах α - или γ -фазы.

Установлено, что электронно-пучковая обработка быстрорежущей стали Р6М5 приводит к снижению микротвердости поверхностного слоя стали.

Электронно-микроскопические исследования показали, что после облучения отожженной **стали 45** электронным пучком в режиме без оплавления ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 8$ Дж/см²) и начального оплавления поверхности ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²; локальное оплавление поверхности облучения) в поверхностном слое частично сохраняется структурно-фазовое состояние, характерное для исходного состояния стали. В зернах феррита повышается скалярная плотность дислокаций, формируются ячеистая и полосовая дислокационная субструктуры, выявляются субзерна, размеры которых изменяются в пределах 0,5 - 0,8 мкм.

В объемах материала, содержащих колонии перлита при облучении интенсивным электронным пучком ($E_s = 8$ Дж/см²) наблюдаются разные стадии растворения пластин цементита и формирования закалочной структуры, состоящей из кристаллов пакетного мартенсита, пластинчатого низкотемпературного мартенсита, частиц цементита и областей остаточного аустенита. В зависимости от степени растворения пластин цементита поперечные размеры кристаллов мартенсита изменяются в диапазоне 20 - 150 нм, а продольные от десятков нанометров до единиц микрометра. При плотности энергии пучка $E_s = 10$ Дж/см² в результате фазовой перекристаллизации формируется поликристаллическая структура, размер зерен которой не превышает 1 мкм. В объеме зерен наблюдается преимущественно двухфазная структура, состоящая из кристаллов мартенсита и остаточного аустенита.

Электронно-пучковая закалка из жидкого состояния стали 45 ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 12$ Дж/см²) привела к формированию поликристаллического агрегата с субмикронным размером зерен ($0,50 \pm 0,02$ мкм). В объеме зерен наблюдается многофазная структура, состоящая из кристаллов мартенсита пакетной и пластинчатой морфологии, прослоек и островков остаточного аустенита, частиц цементита, расположенных вдоль границ кристаллов мартенсита, пакетов и зерен. Размеры кристаллов пакетного мартенсита изменяются в пределах 30...50 нм – поперечные и 120...500 нм – продольные. Размеры кристаллов пластинчатого мартенсита в 1,5 - 2 раза больше.

В четвертой главе «Модификация структуры и фазового состава цементированной стали 15НЗМА низкоэнергетическим интенсивным электронным пучком микросекундной длительности и ударной ультразвуковой обработкой» изложены

результаты, полученные при анализе закономерностей формирования субструктуры, изменений фазового состава и микротвердости стали после цементации и последующей комплексной обработки, заключающейся в ударном ультразвуковом воздействии и облучении интенсивным электронным пучком в режиме начального плавления ($\tau = 50$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²) и режиме плавления поверхности ($\tau = 30$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²), при котором толщина расплавленного слоя составляет ~3-4 мкм. Как было отмечено ранее, облучение стали в режиме начального плавления сопровождается локальным оплавлением поверхности, т.е. структурно-фазовые превращения протекают, преимущественно, в твердой фазе.

Установлено, что воздействие электронного пучка на **сталь 15НЗМА** с цементированным слоем заэвтектоидного строения приводит к значительному изменению её структуры в слое толщиной ~10-15 мкм ($\tau = 50$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²) и ~15-20 мкм ($\tau = 30$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²). Высокоскоростной нагрев в обоих случаях сопровождается, во-первых, разрушением карбидной сетки, присутствующей в цементированной стали по границам перлитных колоний, во-вторых, частичным или полным растворением пластин цементита, расположенных в объеме перлитных колоний. Анализ распределения микротвердости по глубине показал, что повышение твердости поверхностного слоя происходит только при облучении цементированной стали интенсивным электронным пучком в режиме плавления ($\tau = 30$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²) (рис. 4,а). Облучение стали в режиме начального плавления ($\tau = 50$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²) практически не приводит к изменениям микротвердости (рис. 4,б).

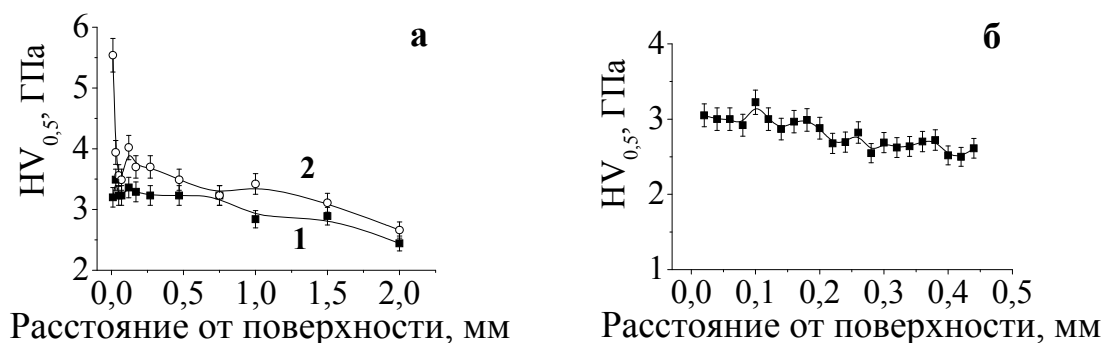


Рис. 4 Распределения микротвердости по глубине цементированного образца стали 15НЗМА, обработанного электронным пучком: а – $\tau = 50$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см² (кривая 2); б – $\tau = 50$ мкс, $E_S = 10$ Дж/см²; на (а) кривая 1 – распределение микротвердости по глубине цементированного слоя стали до обработки электронным пучком.

По данным рентгеноструктурного анализа в поверхностном слое цементированной стали формируется многофазная структура, состоящая из α - и γ - фаз и, возможно, цементита. В режиме начального плавления в поверхностном слое присутствует ~33% γ -фазы, в режиме плавления поверхности – ~17%.

Методами электронной дифракционной микроскопии установлено, что при

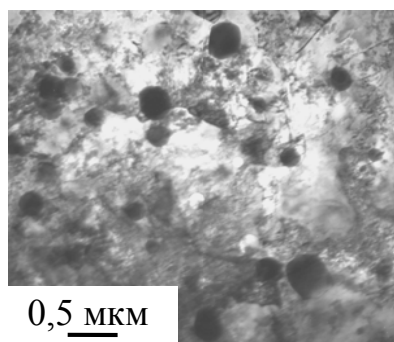


Рис. 5. Структура, формирующаяся в приповерхностном слое цементированной стали 15НЗМА после электронно-пучковой обработки ($\tau=50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²).

облучении стали электронным пучком с параметрами $\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см², α -фаза наблюдается в двух морфологически различных состояниях: (1) зерна и субзерна, содержащие сетчатую дислокационную субструктуру ($\sim 3,5 \cdot 10^{10}$ см⁻²). Средний размер субзерен 510 ± 20 нм. (2) мартенсит пакетной и пластинчатой морфологии, относительное содержание которого в приповерхностном слое $0,20 \pm 0,05$. Остаточный аустенит присутствует в виде островков или прослоек, разделяющих кристаллы мартенсита, и островков вдоль не растворившихся пластин цементита.

Электронно-пучковая обработка сопровождается сфероидизацией частиц цементита (рис. 5). Средние размеры частиц 170 ± 10 нм; объемная

доля частиц $0,018 \pm 0,001$. Цементит пластинчатой морфологии (либо в виде протяженных прослоек) сохранился, в основном, вдоль границ зерен.

Электронно-пучковая обработка ($\tau = 30$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) цементированной стали с закалкой из жидкого состояния привела к формированию в поверхностном слое структуры, состоящей из кристаллов пластинчатого и пакетного мартенсита, зерен и островков остаточного аустенита и частиц цементита глобулярной формы со средним размером частиц 120 ± 10 нм (объемная доля $0,012 \pm 0,001$). Средние поперечные размеры пластин мартенсита составляют 163 ± 7 нм, а продольные 545 ± 7 нм. В поверхностном слое выявляется структура ячеистой кристаллизации. Ячейки кристаллизации (ОЦК кристаллическая решетка на основе α -фазы) имеют размеры 250...300 нм и разделены прослойками толщиной 50...70 нм, сформированными кристаллами мартенсита и остаточным аустенитом.

Ультразвуковая обработка цементированного слоя стали 15НЗМА сопровождается, во-первых, разрушением карбидной фазы: изначально пластинчатые частицы цементита приобретают сферическую или глобулярную форму (143 ± 15 нм), во-вторых, деформационным упрочнением ферритной матрицы, которое заключается в формировании полосовой и субзеренной структуры. В объеме полос деформации и субзерен обнаруживается дислокационная субструктура в виде хаоса и сеток; скалярная плотность дислокаций составляет $7,2 \cdot 10^{10}$ см⁻².

Последующая электронно-пучковая обработка в режиме начального плавления ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) приводит к формированию в поверхностном слое поликристаллической структуры на основе α -фазы, содержащей частицы цементита со средним размером 120 ± 20 нм (объемная доля $0,015 \pm 0,001$). Остаточный аустенит (γ -фаза) методами дифракционной электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа не обнаружен. В зернах α -фазы присутствуют хаотически

распределенные дислокации (плотность дислокаций $\sim 1,3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$), сетчатая (плотность дислокаций $\sim 5,4 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$), ячеистая и ячеисто-сетчатая и полосовая дислокационная субструктуры. В отдельных случаях обнаруживаются субзерна. Средний размер субзерен $210 \pm 15 \text{ нм}$. В объеме субзерен выявляется сетчатая дислокационная субструктура с весьма высокой скалярной плотностью дислокаций $\sim 8 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Достаточно редко обнаруживаются наноразмерные кристаллы мартенсита пластинчатой морфологии (объемная доля $\sim 0,05$). Образование зеренной структуры на основе α -фазы обусловлено, по-видимому, тем, что частицы цемента глобулярной формы растворяются при аустенизации медленнее, по сравнению с пластинами. В результате этого, времени, в течение которого сталь находится при высоких температурах ($< 1 \text{ с}$), недостаточно для растворения частиц цемента и перераспределения углерода по объему материала.

Электронно-пучковая обработка стали в режиме плавления ($\tau = 30 \text{ мкс}$, $E_s = 10 \text{ Дж/см}^2$) сопровождается интенсивным растворением частиц цемента. Средний размер выявленных частиц $70 \pm 10 \text{ нм}$; объемная доля $0,002 \pm 0,001$. Насыщение расплава углеродом приводит к «замораживанию» в результате высокоскоростного охлаждения большого количества остаточного аустенита ($0,85 \pm 0,05$) и формированию поликристаллической структуры на основе γ -фазы. В объеме зерен γ -фазы обнаруживаются в небольшом количестве кристаллы пластинчатого мартенсита и пакетного мартенсита. Наряду с зернами γ -фазы, в поверхностное слое выявляются области со структурой ячеистой кристаллизации. Ячейки кристаллизации имеют ОЦК или ГЦК кристаллическую решетку. В первом случае ячейки разделены широкими прослойками α -фазы, претерпевшей мартенситное $\gamma \Rightarrow \alpha$ превращение с образованием кристаллов пакетного мартенсита, либо прослойками карбида железа преимущественно состава Fe_3C . Во втором случае - прослойками карбидной фазы состава Fe_2MoC и Mo_3C_2 . Размеры ячеек кристаллизации $250 \dots 650 \text{ нм}$.

Установлено, что комбинированная обработка приводит к более высокой микротвердости поверхностного слоя цементированной стали, по сравнению с микротвердостью цементированной стали, обработанной электронным пучком в режиме начального плавления (рис. 6, а). Это обусловлено: 1 - отсутствием остаточного аустенита; 2 - измельчением субзеренной структуры α -фазы (деформационное упрочнение); 3 - закреплением дислокаций атомами углерода; 4 - дисперсионным упрочнением стали; 5 - насыщением кристаллической решетки атомами углерода. Снижение микротвердости поверхностного слоя после обработки электронным пучком в режиме плавления поверхности (рис. 6, б) связано с присутствием большого количества ($0,85 \pm 0,05$) остаточного аустенита в поверхностном слое.

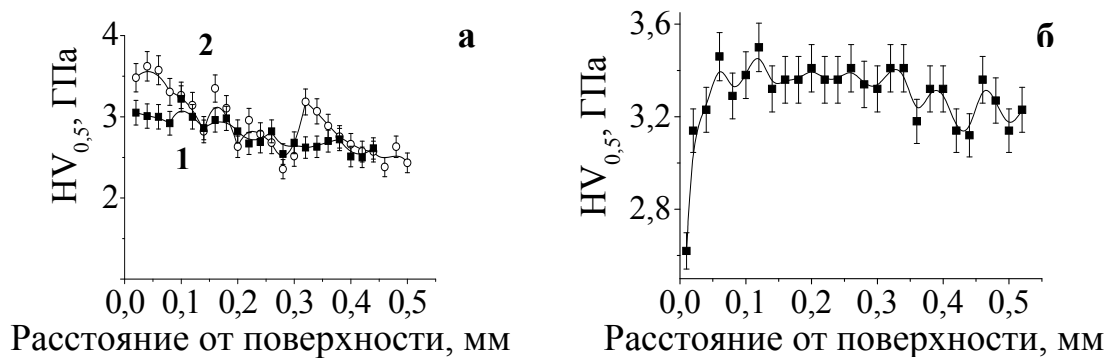


Рис. 6 Распределения микротвердости по глубине цементированного образца после ультразвукового воздействия и импульсной электронно-пучковой обработки: а - $\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см² (1 - без предварительной ультразвуковой обработки; 2 - предварительно обработан ультразвуком), б - $\tau = 30$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см².

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

Полученные в работе экспериментальные результаты и их анализ позволили сделать следующие основные выводы:

1. Выявлено формирование в приповерхностном слое обработанной электронным пучком стали наноразмерной мартенситной структуры - поперечные размеры кристаллов изменяются в пределах 53...91 нм и продольные - 250...650 нм. Такая структура обладает высокой твердостью (~12 ГПа). Показано, что формирование подобной структуры возможно лишь в результате вторичной закалки стали.
2. Установлено, что высокоскоростная закалка из температурного интервала существования твердой фазы отожженной стали, а также легированной стали, подвергнутой закалке и высокотемпературному отпуску, не позволяет получить однофазную однородную структуру. В поверхностном слое формируется многофазная структура, состоящая из α -, γ - и карбидной фаз. Формирование однородной наноразмерной закалочной структуры при электронно-пучковой обработке отожженных сталей возможно лишь в режиме устойчивого плавления поверхностного слоя.
3. На основании выполненных структурно-фазовых исследований выявлены режимы электронно-пучковой обработки, позволяющие осуществлять целенаправленное преобразование структуры поверхностного слоя стали конструкционного и инструментального назначения и являющиеся основой для разработки технологии электронно-пучковой обработки сталей. При облучении электронным пучком в интервале плотностей энергии пучка 2 - 8 Дж/см² (длительность импульса воздействия $\tau = 50$ мкс) - структурно-фазовые превращения протекают в твердой фазе; при плотности энергии пучка электронов более 10-12 Дж/см² ($\tau = 50$ мкс) и 9 Дж/см² ($\tau = 30$ мкс) - в жидкой фазе.
4. Установлены закономерности эволюции морфологии кристаллов мартенсита и частиц карбидной фазы в условиях импульсной электронно-пучковой обработки. Обнаружено явление увеличения степени равноосности кристаллов мартенсита и

пластин цементита углеродистой стали, подвергнутой облучению электронным пучком.

5. Показано, что электронно-пучковое облучение цементированной стали 15НЗМА в режиме плавления поверхностного слоя ($\tau = 30$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) и в режиме начального плавления ($\tau = 50$ мкс, $E_s = 10$ Дж/см²) приводит к созданию многофазной структуры, состоящей из α -, γ - и карбидной фаз. Количественное соотношение объемов, занимаемых этими фазами, зависит от режима облучения. С уменьшением длительности импульса, т.е. с увеличением плотности мощности пучка электронов, количество остаточного аустенита понижается, объемная доля мартенсита увеличивается.

6. Установлено, что облучение цементированной стали, подвергнутой ударной ультразвуковой обработке, электронным пучком в режиме начального плавления поверхности приводит к формированию двухфазной структуры, состоящей из α -фазы в виде зерен и кристаллов мартенсита, а также частиц цементита глобулярной морфологии. Облучение в режиме плавления поверхности сопровождается формированием трехфазной структуры: γ -фаза, α -фаза, карбидная фаза. Основной является γ -фаза.

7. Показано, что при определенных режимах электронно-пучковой обработки ($E_s=10$ Дж/см², $\tau=30$ мкс) имеет место существенное (в 1,7 раз) увеличение твердости поверхностного слоя стали. Установлено, что основной причиной повышения твердости поверхностного слоя стали 38ХНЗМФА является многократное уменьшение размеров пакетов (в ~ 30 раз) и кристаллов мартенсита (в 5...10).

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ИЗЛОЖЕНО В РАБОТАХ:

1. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф. Девятков В.Н. и др. Модифицирование структуры поверхностного слоя конструкционной стали ударным ультразвуковым и импульсным электронно-лучевым воздействиями // Физическая мезомеханика. – Т. 7. – Спец. выпуск. Ч. 2. - 2004. – С.165 – 168.
2. Иванов Ю.Ф., В.Н. Девятков, Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.) и др. Градиент структуры и фазового состава стали, облученной электронным пучком микросекундной длительности // Физическая мезомеханика. – Т. 7. – Спец. выпуск. Ч. 2. - 2004. – С.173 – 176.
3. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф., Колубаев Е.А. и др. Структурно-фазовые превращения цементированного слоя стали 15НЗМА, инициированные ударной ультразвуковой обработкой. // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2007. – №4. – С.46-48.
4. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф., Девятков В.Н., Коваль Н.Н. Импульсно-периодическая электронно-пучковая обработка закаленной стали // Известия ВУЗов. Черная металлургия – 2007. – №8. – С. 30-34.
5. Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Григорьев С.В. и др. Модификация фазового состава и дефектной субструктуры поверхностного слоя сложнолегированной стали методами электронно-пучковой обработки // Известия ВУЗов. Физика. Спец. Выпуск. – 2007. – Т. 50. – октябрь. – №10/3. – С. 29-34.

6. Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Коновалов С.В. и др. Модификация поверхностного слоя стали при электронно-лучевой обработке // *Металловедение и термическая обработка металлов*. - 2008. - №12(642). - С.10-16.
7. Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Корнет Е.В., Громов В.Е. Формирование тонкой структуры и фазового состава конструкционной стали при закалке // *Известия вузов. Черная металлургия*. - 2009. - №4. - С.23-27.
8. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф. Модификация структуры и свойств конструкционной стали электронным пучком микросекундной длительности/ *Материалы IX Российской научной студенческой конференции «Физика твёрдого тела»*: Томск, 2004.- С.25 – 27.
9. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.) Структурно-фазовые превращения стали 38ХНЗМФА, обработанной электронным пучком микросекундной длительности/ *Материалы научной сессии молодых ученых, организованной научно-образовательным центром «Физика и химия высокоэнергетических систем» при ТГУ Томск, 2004.* – С.134-136.
10. Ivanov Yu.F., Kolubaeva Yu.A. (Denisova Yu.A.), Devyatkov V.N. et al. Modification of the Structure and Phase Composition of Structural Steel by a Microsecond E-Beam/ *proceedings of 7th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows Tomsk, Russia, 2004*, pp. 236 – 239.
11. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Девятков В.Н. Модификация структуры и фазового состава стали импульсно-периодическим электронным пучком микросекундной длительности // *Межвузовский сборник научных статей молодых ученых, аспирантов, студентов «Физика, радиофизика – новое поколение в науке»* - Барнаул: Изд-во Алт. ун-та, 2004 - Вып.4.- С.79-84.
12. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф. Структурно-фазовое состояние цементированной стали, облученной импульсным низкоэнергетическим электронным пучком // *Сб. материалов I Всероссийской конференция молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем»*, 26-29 апреля, 2005, Томск, Россия. - С.315-317.
13. Иванов Ю.Ф., Девятков В.Н., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.) и др. Механизмы модификации стали электронным пучком микросекундной длительности // *Труды IV международной научн. конф. «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах»*. – Томск, Россия, 2004. – С. 144-149.
14. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф. Электронно-микроскопический микродифракционный анализ фазового состава и дефектной субструктуры цементированной стали, подвергнутой ударной ультразвуковой и электронно-пучковым обработкам / *Сб. материалов Международной школы конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем»*, 13-16 декабря, 2005, Томск, Россия. - С. 185 – 188.
15. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф., Девятков В.Н. и др. Модификация фазового состава и дефектной субструктуры цементированного слоя стали 15НЗМА методами электронно-пучковой обработки / *Материалы 3-й Всероссийской конференции молодых ученых. «Фундаментальные проблемы новых технологий в 3-м тысячелетии»* 3-6 марта 2006, Томск, Россия. - С. 265 – 269.
16. Григорьев С.В., Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.) и др. Электронно-

пучковая модификация поверхности сталей и твердых сплавов//Труды II Международного Крейнделевского Семинара «Плазменная эмиссионная электроника», Россия, Улан-Удэ, 17-24 июня, 2006 г., с. 113-120.

17. Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н., Григорьев С.В., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.) Структура, фазовый состав и свойства сталей, обработанных низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком субмиллисекундной длительности//Материалы XIII Международной научной школы-семинара, 21-25 августа, 2007 г., Украина, г. Николаев, С. 42-46.

18. Kolubaeva Yu.A. (Denisova Yu.A.), Tetesov A.D., Ivanov Yu.F., Koval N.N. Modification of Structure and Properties of AISI M2 High-Speed Steel by Pulse Electron Beam // Proc. 9th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk. – 2008. – P.216-219.

19. Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н. Структурно-фазовое состояние стали 15НЗМА, обработанной комбинированным методом, сочетающим науглероживание, ударное ультразвуковое воздействие и облучение импульсным электронным пучком - Гл. 6 в книге «Структурно-фазовое состояние перспективных металлических материалов». С. 116-145 / отв.ред. В.Е.Громов. – Новокузнецк: Изд-во НПК, 2009г. – 613с.

20. Коваль Н.Н., Колубаева Ю.А. (Денисова Ю.А.), Девятков В.Н., Иванов Ю.Ф. и др. Обработка стали высокоинтенсивным электронным пучком.// Збірник наукових праць НУК, - Миколаїв: НУК, 2009. - №3 (426). – с. 47-54.

21. Ivanov Yu.F., Kolubaeva Yu.A. (Denisova Yu.A.), Teresov A.D., Koval N.N., Semin A.P., Gromov V.E. Transformation regularities of annealed carbon steel structure in the processing by pulse electron beams of micro- and submillisecond length// Electromagnetic fields effect on the structure and characteristics of materials / Book of the International seminar articles, 19-21 may 2009, Institute of Machines Science of the Russian Academy of Sciences Moscow, Ed. by Yu. Baranov, V. Gromov, G. Tang, Novokuznetsk, “Novokuznetskii Polygraphic Center”, 2009. – P. 121-138.