ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ, 2020, том 121, № 3, с. 330–336

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.15-194.539.12.043

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Ar^+ НА ПРОЦЕСС ЗАМЕДЛЕННОГО РАЗРУШЕНИЯ МАРТЕНСИТНО-СТАРЕЮЩЕЙ СТАЛИ

© 2020 г. В. В. Березовская[a, *], Р. А. Саврай[b], О. В. Маслова[a], В. В. Овчинников[a, c], Н. В. Гущина[c]

[a] *Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия*

[b] *Институт машиноведения УрО РАН, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620108 Россия*

[c] *Институт электрофизики УрО РАН, ул. Амундсена, 106, Екатеринбург, Россия*

**e-mail: ber6141@yandex.ru*

Поступила в редакцию 04.12.2018 г.
После доработки 22.10.2019 г.
Принята к публикации 23.10.2019 г.

Изучена микротвердость, структура мартенситно-стареющей стали (МСС) 03Н18К3М3Т, а также ее подверженность замедленному разрушению (ЗР) после различных режимов обработки, включающих облучение поверхности ионами Ar^+ с энергией 40 кэВ. Показано, что наиболее существенное улучшение свойств (максимальная твердость и минимальное снижение прочности при ЗР) достигается при использовании облучения на завершающем этапе обработки стали. Эффективность данного режима обработки проявляется в изменении механизма распространения трещины: от межзеренного хрупкого после старения стали в течение 3 ч при 400°С (остающегося таким и в случае проведения ионного облучения перед старением) к квазисколу при облучении после старения. Отмечается, что в последнем случае микроструктура исследуемой стали становится более однородной во всем объеме образца по сравнению со сталью после предварительного облучения.

Ключевые слова: мартенситно-стареющая сталь, старение, ионное облучение, замедленное разрушение, микротвердость, блоки, микроискажения, квазискол

DOI: 10.31857/S0015323020030031

ВВЕДЕНИЕ

Процесс создания металлических материалов со все более высокой конструкционной прочностью идет как по пути разработки принципиально новых высокопрочных сплавов, в том числе сложнолегированных сталей, так и по пути изыскания эффективных способов обработки уже существующих материалов. Известно, что мартенситно-стареющие стали, обладающие высокими механическими и технологическими свойствами, несмотря на целый ряд преимуществ, подвержены замедленному разрушению в состаренном при низких температурах состоянии [1–3]. Поиск путей повышения их надежности в условиях длительного воздействия растягивающих напряжений и влаги воздуха, воды или водных растворов солей является актуальной задачей.

Как показали исследования последних десятилетий, использование пучков ускоренных ионов с энергиями в диапазоне от нескольких единиц до нескольких сотен кэВ может послужить основой для создания ряда перспективных технологий обработки конструкционных материалов с целью обеспечения повышенного уровня свойств, не достижимого с применением традиционных методов [4–6].

В серии работ, выполненных в институте электрофизики УрО РАН, показано, что облучение ионами может существенно модифицировать не только поверхностные, но и объемные свойства самых различных материалов [7–11]. Это касается, в частности, повышения их прочности и формирования структурных состояний, способствующих повышению сопротивления распространению трещины при одноосном растяжении [7, 9].

Использование ионного облучения для разработки методов повышения эксплуатационной надежности высоконагруженных изделий современной техники, работающих в условиях сложного нагружения, в которых проявляются эффекты замедленного разрушения и коррозионного растрескивания под напряжением, представляет не только научный, но и практический интерес.

Цель данной работы состоит в изучении влияния облучения ускоренными ионами Ar^+ мартенситно-стареющей стали 03Н18К3М3Т на ее сопротивление замедленному разрушению (ЗР).

Таблица 1. Химический состав стали

Содержание химических элементов, мас. %									
C	Si	Mn	S	P	Ni	Co	Mo	Ti	Al
0.015	0.04	0.03	0.006	0.007	18.13	3.05	3.41	1.10	0.11

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материал исследования – мартенситно-стареющая сталь (МСС) 03Н18К3М3Т промышленной выплавки. Химический состав стали приведен в табл. 1. Сталь получена вакуумно-индукционной плавкой, после гомогенизации при 1200°С в течение 1.5 ч слитки ковали на прутки, которые подвергали закалке от 820°С (1 ч) в воду. Затем из прутков изготавливали призматические образцы с V-образным надрезом размером 55 × 10 × 11 мм для испытаний замедленного разрушения.

Далее были проведены следующие обработки исходно закаленных образцов: 1 – облучение ионами Ar^+; 2 – старение при 400°С, 3 ч; 3 – облучение ионами Ar^+ с последующим старением при 400°С, 3 ч; 4 – старение при 400°С, 3 ч, а затем облучение ионами Ar^+.

Облучение образцов непрерывными пучками ионов Ar^+ проводили на имплантере ИЛМ-1 с ионным источником ПУЛЬСАР-1М на основе тлеющего разряда низкого давления с холодным полым катодом [12]. Образцы облучали со стороны надреза. В ходе облучения с помощью хромель-алюмелевой термопары осуществляли мониторинг температуры T, до которой нагревали образцы ионным пучком. Используемые параметры облучения: энергия ионов E = 40 кэВ, плотность ионного тока j = 200 мкА/см^2, флюенс $F = 1.25 \times 10^{17}$ см$^{-2}$ (соответствующее время облучения 100 с), T = 270°С. Согласно расчетам, проведенным методом TRIM [13], средний проективный пробег ионов аргона в исследуемой стали составляет ~18.5 нм.

Измерение микротвердости на поперечном срезе образцов в исходном состоянии и после указанных выше обработок проводили на приборе SHIMADZU HMV-G21DT при нагрузке 0.05 Н (с усреднением по 5 измерениям). Измерения проводили перпендикулярно от облученной поверхности образца до глубины 5 мм (при толщине образца 10 мм) через каждые 20, 50 мкм.

Испытание замедленного разрушения проводили по схеме чистого изгиба при постоянной нагрузке по методу Брауна [14]. В качестве среды использовали дистиллированную воду комнатной температуры. Схема установки и эскиз образца приведены на рис. 1.

На первом этапе определяли прочность образца на изгиб при испытании на воздухе, путем ступенчатого нагружения образца до разрушения. В результате этих испытаний определяли кратковременную прочность $\sigma_К$. На следующем этапе испытаний определяли пороговое напряжение $\sigma_П$, ниже которого разрушение не происходит при заданной базе испытаний (100 ч). При этом фиксировали время до разрушения. Если по прошествии 100 ч образец не разрушался, на следующем образце нагрузку увеличивали и т.д. Относительное снижение прочности при ЗР определяли как

$$\Delta\sigma = (\sigma_К - \sigma_П)/\sigma_К. \quad (1)$$

Микроструктуру стали изучали с помощью оптического микроскопа OLYMPUS с использованием видеокамеры GX51 SIMAGIS 2M при поддержке программы Siams Photolab. Анализ характера разрушения МСС, после испытаний ЗР проводили на растровом электронном микроскопе TESCAN, позволяющем создавать разрежение до 10^{-3} Па. Изображение формировали в резуль-

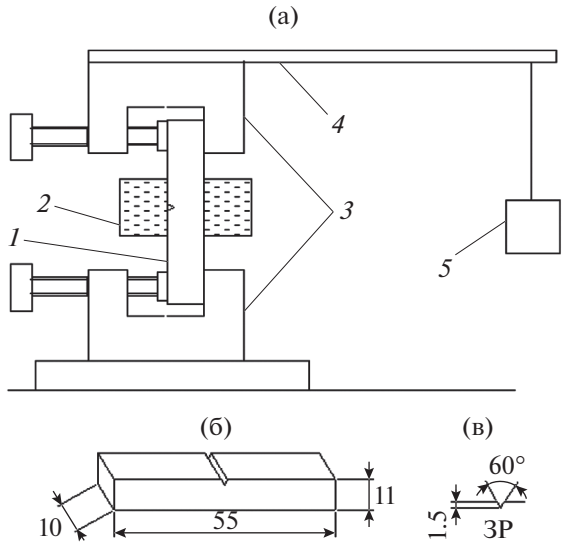

Рис. 1. Схема установки для испытаний зр, а: *1* – образец, *2* – ячейка с раствором, *3* – захваты, *4* – рычаг, *5* – груз; эскиз образца (б); сечение надреза образца (в).

Таблица 2. Микротвердость исследованной стали

№	Режим обработки	HV 0.05
	Закалка, 820°C	420
1	Закалка, 820°C + Облучение Ar^+	525
2	Закалка, 820°C + Старение, 400°C, 3 ч	500
3	Закалка, 820°C + Облучение Ar^+ + Старение, 400°C, 3 ч	580
4	Закалка, 820°C + Старение, 400°C, 3 ч + Облучение Ar^+	625

тате сканирования поверхности изучаемого объекта сфокусированным (5–10 нм) электронным зондом.

Рентгеновские исследования образцов выполняли в ЦКП ИЭФ УрО РАН на рентгеновском дифрактометре D8 Discover в медном $K_{\alpha 1,\,2}$ излучении (λ = 1.542 Å) с графитовым монохроматором на дифрагированном луче. Съемку проводили с двух одинаково подготовленных сторон исходных закаленных и обработанных образцов толщиной 5 мм. При рентгеновском исследовании стали в медном излучении глубина анализируемого слоя составляет, согласно [15], ~2.7 мкм, что на несколько порядков величины превышает проективные пробеги ионов Ar^+. Обработка данных выполнена с использованием программы TOPAS 3.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Результаты измерения микротвердости образцов в исходном состоянии и после различных видов термической и ионно-пучковой обработки приведены в табл. 2. Следует отметить, что по всей измеряемой глубине образца значения твердости практически не менялись.

Из приведенных данных видно, что в результате ионного облучения в течение 100 с, флюенсом $F = 1.25 \times 10^{17}$ см$^{-2}$ микротвердость закаленного образца возрастает до 525 HV 0.05 (более чем на 100 единиц по сравнению с закаленным состоянием). Следует отметить, что при этом образец в ходе облучения нагрелся всего лишь до 270°C (без выдержки при указанной температуре). Близкие значения микротвердости – 500 HV 0.05 получены после старения в течение 3 ч при температуре 400°C.

Измененные значения микротвердости наблюдались на глубине до ~5 мм, многократно превышающей средний проективный пробег ионов, составляющий всего лишь 18.5 нм.

Полученный результат, согласно [7, 11], может быть обусловлен радиационно-динамическим воздействием каскадообразующих видов облучения (в частности, пучков ионов используемого диапазона энергий) на метастабильные среды. Исследуемая сталь в закаленном состоянии представляет собой пример такой среды. Структурно-фазовые превращения протекают при этом на глубине, значительно превышающей проективные пробеги ионов, а также с более высокой скоростью по сравнению с традиционным термическим отжигом. Эти эффекты связаны с возможностью незатухающего распространения посткаскадных мощных упругих и ударных волн в средах с повышенной запасенной энергией теоретически на неограниченные расстояния [7, 11]. Радиационно-динамическое воздействие может инициировать бездиффузионные мартенситные превращения, процессы формирования ближнего и дальнего атомного порядка, распад пересыщенных твердых растворов с выделением дисперсных фаз, взрывные дислокационные перестройки [7, 11]. Это же касается многократно ускоренных процессов рекристаллизации деформированных материалов [8], объемной нанокристаллизации аморфных сплавов [10] и других процессов, прежде всего таких, которые не требуют массопереноса на большие расстояния.

В случае применения ионного облучения со старением микротвердость возрастает до более высоких значений – 580 и 625 HV 0.05. Максимальный эффект упрочнения достигается при использовании облучения после старения, в качестве завершающего этапа обработки стали.

Как показали ранее проведенные исследования стали 03Н18К3М3Т [3], минимальные значения пороговой интенсивности напряжений при ЗР наблюдаются после старения при 400°C. Следовательно, в данном структурном состоянии сталь наиболее подвержена хрупкому разрушению. Поэтому дальнейшие испытания замедленного разрушения проводили только на образцах, подвергавшихся операции старения (обработки 2–4). Механические свойства стали после указанных обработок приведены в табл. 3.

Видно, что облучение максимально повышает прочность и сопротивление ЗР при использовании облучения на завершающей стадии обработ-

Таблица 3. Механические свойства исследованной стали

№	Режим обработки	$\sigma_К$	$\sigma_П$	$\Delta\sigma$*, %	*KCV*, МДж/м^2
		МПа			
2	Закалка, 820°C + Старение, 400°C, 3 ч	1320	120	91	0.56
3	Закалка, 820°C + Облучение Ar^+ + Старение, 400°C, 3 ч	1570	350	78	0.56
4	Закалка, 820°C + Старение, 400°C, 3 ч + Облучение Ar^+	1900	570	70	0.58

* Определено по формуле (1).

ки (режим 4). Относительное снижение прочности ($\Delta\sigma$, см. соотношение (1)) при ЗР после такой обработки уменьшается почти на 20%. По результатам испытаний ударной вязкости эффект положительного воздействия облучения не обнаруживается, что, очевидно, связано с кратковременностью воздействия нагрузки и недостаточностью времени для проявления охрупчивающих процессов, происходящих при ЗР МСС [3].

Сравнение образцов стали после ЗР показало, что излом образца, обработанного в режиме (3), изрезан множеством вторичных трещин, в то время как излом образца, обработанного в режиме (4), более гладкий, без видимого ветвления в зоне стабильного роста трещины (СРТ) – рис. 2.

Результаты металлографических исследований в поперечном шлифе образца, представленные на рис. 3 и 4, также свидетельствуют о том, что структура стали после испытаний ЗР зависит от режима обработки. И, кроме того, от места съемки (рис. 3г).

В глубине образца (5 мм от облученной поверхности), обработанного в режиме (3), (рис. 3а), наблюдается пакетный мартенсит, характерный для структуры исследованной МСС. Средний размер пакета составляет примерно 15 мкм, что соответствует размеру бывшего аустенитного зерна в исследуемой стали.

Вблизи облученной поверхности можно отметить меньшую выраженность и размытость некоторых границ пакетного мартенсита при сохранении среднего размера пакета (рис. 3б). В зоне стабильного роста трещины при ЗР (рис. 3в) представлена структура, характеризующаяся множеством вторичных межзеренных трещин.

На рис. 4 приведено изображение микроструктуры исследуемой стали после обработки в режиме (4), практически одинаковое во всем объеме образца и имеющее еще меньшую выраженность пакетов мартенсита по сравнению с образцом, обработанным в режиме (3). В направлении, поперечном росту магистральной трещины, выявлена только одна вторичная трещина, распространяющаяся безотносительно границ бывших аустенитных зерен изученной МСС.

Методом рентгеноструктурного анализа показано (табл. 4), что процесс дополнительного упрочнения состаренной при 400°C стали 03Н18К3М3Т в ходе облучения ионами Ar^+ не связан с распадом твердого раствора, поскольку период решетки

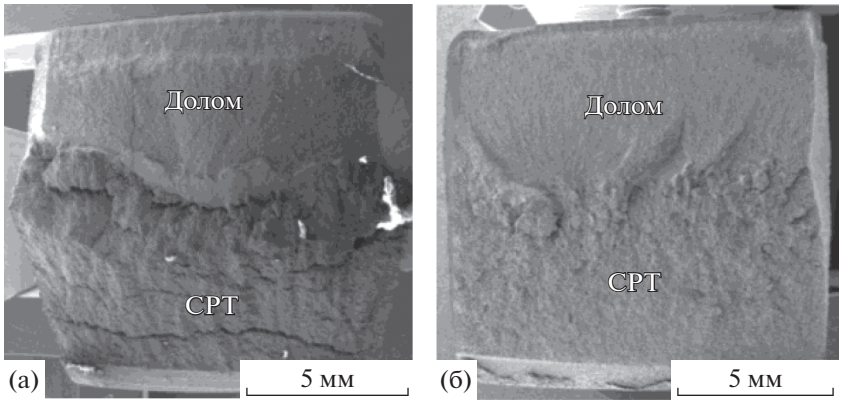

Рис. 2. Поверхность излома после ЗР-образцов исследованной стали, обработанных: а – по режиму (3); б – по режиму (4).

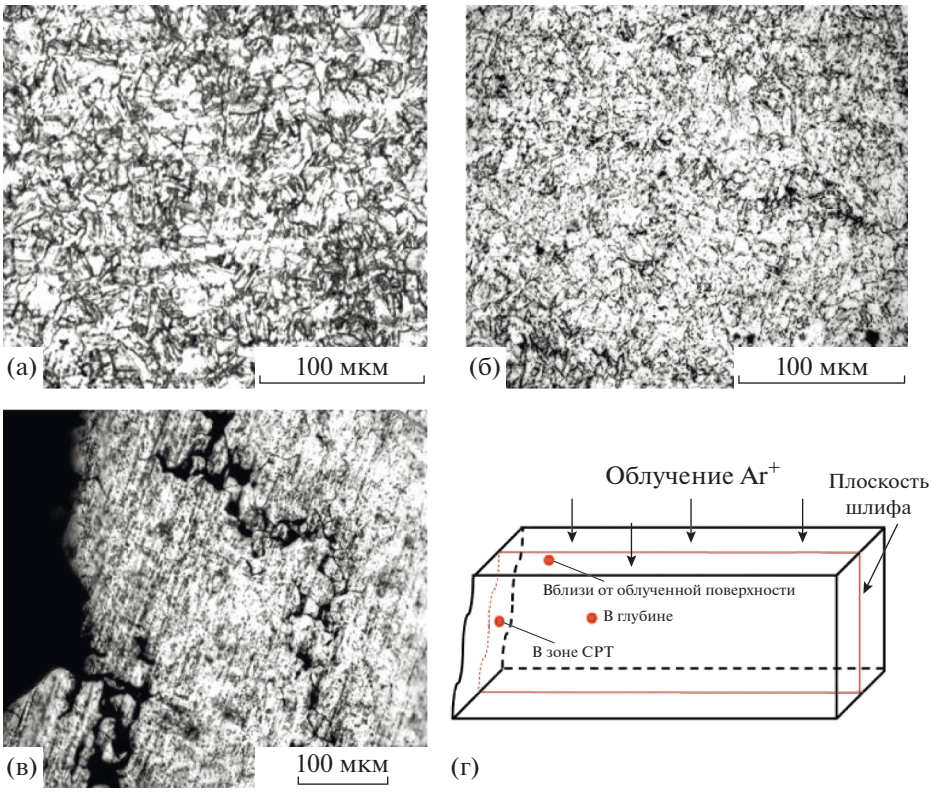

Рис. 3. Микроструктура стали, обработанной в режиме (3) и ЗР: а – в глубине образца, на расстоянии ~5.0 мм от облученной поверхности; б – вблизи облученной поверхности (~1.0 мм от нее); в – множественное ветвление магистральной трещины в зоне СРТ; г – эскиз вырезки образца для металлографических исследований с указанием плоскости шлифа и мест съемки.

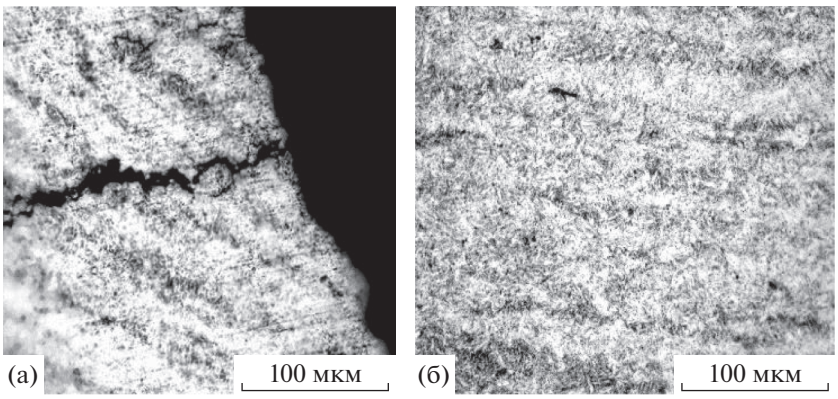

Рис. 4. Микроструктура стали, обработанной в режиме (4) и ЗР: а – вторичная трещина в зоне СРТ; б – микроструктура вблизи облученной поверхности (~1 мм от нее).

мартенсита (a) не изменился, и, следовательно, динамического старения не происходило. Однако после облучения обнаруживается уширение линий мартенсита. Изменение уровня микроискажений при этом осталось в пределах погрешности. Основной вклад в уширение линии мартенсита в поверхностном слое толщиной ~2.7 мкм облученной стороны образца (при съемке дифракторграмм в рентгеновском CuK_α-излучении) вносит, таким образом, измельчение областей когерентного рассеяния (D) – блоков, при неизменности микроискажений кристаллической решетки мартенсита ($\Delta d/d$).

Согласно фрактографическим исследованиям, проведенным в зоне СРТ на трех образцах, соответственно после обработки по режиму (2) –

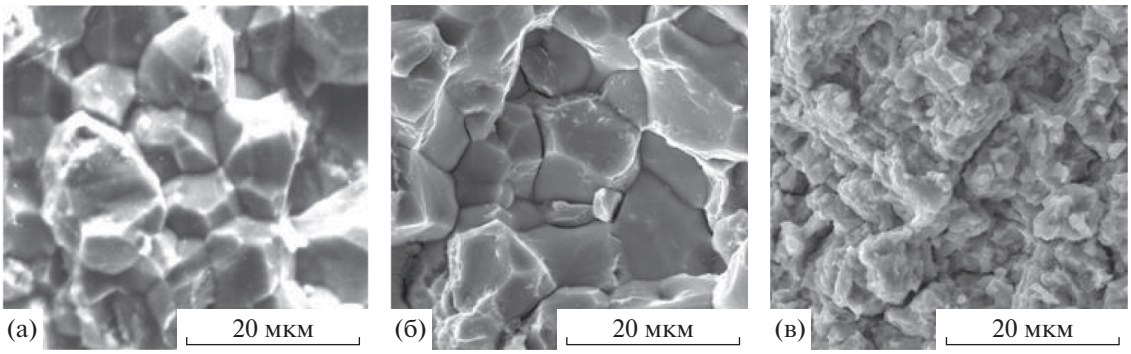

Рис. 5. Фрактограммы ЗР-образцов исследованной стали, обработанной в различных режимах: а – (2); б – (3); в – (4).

рис. 5а; (3) – рис. 5б и (4) – рис. 5в, более энергоемкое разрушение имеет место на последнем образце. В первом и втором случае наблюдается межзеренное хрупкое разрушение. После обработки в режиме (4) разрушение происходит не межзеренно, а квазисколом по множественным случайным плоскостям.

ВЫВОДЫ

1. Облучение ионами аргона с энергией $E = 40$ кэВ, плотностью ионного тока $j = 200$ мкА/см^2 и флюенсом $F = 1.25 \times 10^{17}$ см$^{-2}$ мартенситно-стареющей стали 03Н18К3М3Т позволяет повысить ее прочность и сопротивление замедленному разрушению.

2. Наиболее эффективным для улучшения свойств является режим комбинированной термической и ионно-пучковой обработки стали: закалка от 820°С, старение при 400°С, 3 ч и последующее облучение флюенсом $F = 1.25 \times 10^{17}$ см$^{-2}$ ионов Ar^+ (режим 4), в результате чего было получено:

– микротвердость при облучении состаренных образцов повысилась на 125 HV 0.05, причем это влияние распространялось на всю исследованную глубину (5.0 мм) образцов;

– положительный эффект облучения при ЗР составил около 20% по сравнению с состаренным, но необлученным состоянием;

– в зоне стабильного роста трещины ЗР после обработки в режиме (4) выявлено меньшее количество вторичных трещин по сравнению с обработкой (3), когда облучение предшествовало старению;

– в случае применения режима (4) изменился механизм распространения трещины: от межзеренного при использовании старения без облучения (режим 2), а также при облучении и последующем старении (режим 3) к квазисколу, что свидетельствует о большей энергоемкости разрушения стали;

– имплантация ионов Ar^+ привела к измельчению блоков на глубине от облученной поверхности до 5.0 мм при неизменности микроискажений кристаллической решетки мартенсита на всей исследованной глубине.

Следует отметить, что вопросы, относящиеся к природе наблюдаемых эффектов и механизмам протекающих процессов, требуют дальнейшего подробного изучения.

Таблица 4. Параметры дефектности мартенсита

№	Обработка	Сторона образца	a, нм	D, нм	$\Delta d/d$, %
2	Закалка, 820°С + Старение, 400°С, 3 ч	1	0.2875(2)	93(7)	0.718
		2	0.2876(2)	95(6)	0.698
4	Закалка, 820°С + Старение, 400°С, 3 ч + Облучение Ar^+	1-Облученная	0.2876(2)	66(4)	0.690
		2-Необлученная	0.2876(2)	64(3)	0.690

Авторы благодарны А.И. Медведеву за помощь в проведении рентгеноструктурного анализа.

Работа выполнена в рамках государственного задания, тема № 1389-2015-0025.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Перкас М.Д.* Структура, свойства и области применения высокопрочных мартенсито-стареющих сталей // МиТОМ. 1985. № 5. С. 23–33.
2. *Мишин В.М., Сарак В.И.* Роль остаточных внутренних микронапряжений в термически активированном зарождении трещины при замедленном хрупком разрушении высокопрочных сталей // ФММ. 1990. № 1. С. 195–198.
3. *Березовская В.В.* Структура и замедленное разрушение мартенситностареющих сталей. Saarbrücken: Palmarium Academic Publishing, 2013. 222 с.
4. *Комаров Ф.Ф.* Ионная имплантация в металлы. М: Металлургия, 1990. 216 с.
5. *Белый А.В., Кукареко В.А. Лободаева, Таран И.И., Ших С.К.* Ионно-лучевая обработка металлов, сплавов и керамических материалов. Минск: Изд-во ФТИ НАНБ, 1998. 220 с.
6. *Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Б.А. Калин, Якушин В.Л.* Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. М.: Издательский дом “Круглый год”, 2001. 528 с.
7. *Овчинников В.В.* Радиационно-динамические эффекты. Возможности формирования уникальных структурных состояний и свойств конденсированных сред // Успехи физич. наук. 2008. Т. 178. № 9. С. 991–1001.
8. *Овчинников В.В., Гаврилов Н.В., Гущина Н.В., Каменецких А.С., Емлин Д.Р., Можаровский С.М., Филиппов А.В., Кайгородова Л.И.* Радиационный отжиг полос алюминиевых сплавов АМг6, 1441 и ВД1 с использованием ленточного источника ускоренных ионов // Металлы. 2010. № 2. С. 62–69.
9. *Можаровский С.М., Овчинников В.В., Клепикова А.А., Гущина Н.В., Кайгородова Л.И.* Исследование изменений структуры, фазового состава и механических свойств деформированного алюминиевого сплава 1960 при имплантации ионов Ar^+ // Изв. вузов. Физика. 2011. Т. 54. № 1/3. С. 101–106.
10. *Овчинников В.В., Махинько Ф.Ф., Гущина Н.В., Степанов А.В., Медведев А. И., Стародубцев Ю.Н., Катаев В.А., Цепелев В.С., Белозеров В.Я.* Воздействие ионного облучения на процесс нанокристаллизации и магнитные свойства магнитомягкого сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ // ФММ. 2017. Т. 118. № 2. С. 158–166.
11. *Ovchinnikov V.V.* Nanoscale dynamic effects under cascade-forming irradiation // Surface and Coating Technology. 2018. V. 355. P. 65–83.
12. *Gavrilov N.V., Mesyats G.A., Nikulin S.P., Radkovskii G.V., Eklind A., Perry A. J., Treglio J.R.* A New Broad Beam Gas Ion Source for Industrial Applications // J. Vac. Sci. Technol. 1996. V. A14. P. 1050–1055.
13. *Biersack J.P., Haggmark L.G.* A Monte Carlo computer program for the transport of energetic ions in amorphous targets // Nucl. Instrum. and Methods. 1980. V. 174. P. 257–269.
14. Испытание материалов: Справочник / Под ред. Блюменауэра Х.: Пер. с нем. Под ред. Бернштейна М.Л. М.: Металлургия, 1979. 448 с.
15. *Миркин Л.И.* Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М.: Физматгиз, 1961. 864 с.