

УДК 669.71.884:620.181

ВЛИЯНИЕ МНОГОЭЛЕМЕНТНОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ НА СТРУКТУРУ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ И ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СТАЛИ 30ХГСН2А

Е.В. Лукьяненко, В.В. Овчинников,
В.В. Истомин-Кастровский, Ю.М. Боровин, Т.Ю. Скакова

Показано, что имплантация деталей из стали 30ХГСН2А ионами монотектического сплава меди со свинцом, легированного оловом существенно повышает износостойкость деталей летательных аппаратов. Электронно-микроскопическим и дифракционным анализом обнаружено, что в поверхностном слое после имплантации образуется многоуровневая иерархическая структура. Установлено, что основным механизмом формирования этих структур является диффузионно-релаксационный, приводящий к возникновению внутренних напряжений в имплантированном слое и в подповерхностной зоне.

Ключевые слова: сталь 30ХГСН2А, ионная имплантация, монотектический сплав, контактное легирование, имплантированный слой, износостойкость.

Введение

При решении комплекса проблем по повышению надежности авиационной техники и увеличению сроков ее службы вопросы повышения износостойкости и надежности работы трущихся деталей занимают важное место.

Учитывая, что многие эксплуатационные характеристики определяются структурой и свойствами поверхности материала, актуальным является разработка методов их целенаправленного изменения.

В последнее время большое внимание уделяется изучению влияния ионной имплантации одновременно несколькими ионами различных элементов, внедрение которых позволяет значительно повысить эксплуатационные свойства исследуемых материалов.

В работах [1, 2] показана высокая эффективность применения в качестве материала для катода имплантера медно-свинцового сплава монотектического состава, что позволило повысить эксплуатационные свойства стали

30ХГСН2А. Поскольку ранее в работах, выполненных в МГИУ [3], установлено положительное влияние олова на антифрикционные свойства медно-свинцового сплава монотектического состава, то можно предположить что добавление этого элемента в медно-свинцовый катод может привести к повышению уровня эксплуатационных свойств стали 30ХГСН2А.

Цель работы заключалась в изучении влияния имплантации ионов монотектического сплава меди со свинцом, легированного оловом, на износостойкость деталей из стали 30ХГСН2А и структуру поверхностного слоя.

Методики исследований

В качестве материала исследования выбрана конструкционная сталь 30ХГСН2А, используемая для изготовления деталей летательных аппаратов.

Для получения исходных максимальных значений прочностных характеристик образцы из стали 30ХГСН2А подвергали термической

обработке, включающей закалку 900–910°C в масло и отпуск 210–215°C в течение 2-х часов.

Ионную имплантацию выполняли с помощью вакуумно-дугового импульсного ионного источника ИГМИ-50, формирующего полиэнергетический пучок ионов, при ускоряющем напряжении 30 кВ. Амплитуда тока ионного пучка составляла 0,1–1 А, частота импульсов – 50 Гц при длительности 300 мкс. Остаточное давление в вакуумной камере – 0,8 мПа. Температура нагрева образцов в процессе имплантации не превышала 80°C. Облучение ионным пучком Cu–Pb–Sn выполняли при дозе $D = 10^{17}$ ион / см².

Материалом катода имплантера служил монотектический сплав Cu₆₄Pb₃₆, дополнительно легированный Sn, для получения которого выбран способ контактного легирования [4]. Выбор вида имплантируемых ионов основывался на практике применения антифрикционных металлических покрытий, снижающих коэффициент трения в высоконагруженных парах трения скольжения. Одними из лучших антифрикционных покрытий являются свинцовые и медно-оловянистые сплавы. Они обладают низким коэффициентом трения, хорошей прирабатываемостью и высокой антикоррозионной стойкостью во многих агрессивных средах.

Для изучения структурно-фазового состава имплантированных слоев и проведения трибологических испытаний использовались плоские образцы толщиной 1,5–2 мм разных размеров в зависимости от методов исследования.

Испытания на износ проводили на машине трения Tribometer CSM Instruments (Швейцария). Данная машина трения реализует следующие испытательные схемы: стержень-диск, стержень-пластина, стержень-втулка. В качестве контртела применялись стержни из закаленной стали 30XГСН2А.

Структуру и фазовый состав изучали рентгеноструктурным анализом и методом просвечивающей электронной микроскопии.

Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре ARL X'TRA (Швейцария), представляющем полноразмерный порошковый дифрактометр θ – θ геометрии с радиусом гониометра 260 мм и источником – узкофокусной трубкой мощностью 2200 Вт с медным анодом ($\lambda_{\text{Cu}} = 0,15418$ нм).

Электронно-микроскопические исследования выполняли на приборе Теснаі TEM фирмы

FEI, US при 200 кВ с катодом из гексаборида лантана, имеющем разрешение 0,19 нм

Из поверхности ионно-обработанной стали вырезали «клин» 8×7×0,1 мкм, который извлекался манипулятором на медную подложку с микродержателем. Извлеченный образец приваривался платиновым ионным пучком к микродержателю. Медный полудиск имел диаметр 3 мм. Эти процедуры проводили в вакууме при давлении 1,3–0,6 кПа на приборе V600CE Focused Ion Beam фирмы FEI, US с разрешением 5 нм.

При исследовании применялись следующие методы: электронная дифракция с выбранной области с селекторной диафрагмой диаметром около 1 и 0,1 мкм; светлопольная и темнопольная дифракционные микроскопии; микроскопия высокого разрешения (изображение формировалось в многолучевом приближении с соответствующими дефокусировками); с использованием Z-контраста (в формировании изображения принимают участие не упруго рассеянные электроны на больших углах Брегга). Для эталонирования электронограмм пользовались дифракцией от платинового покрытия.

Результаты испытаний

На рис. 1 представлены зависимости весового износа от пути трения. Результаты испытаний показали, что у контрольных (неимплантированных) образцов наблюдается неравномерный износ по пути трения. Имплантация ионами монотектического сплава, легированного оловом способствует стабилизации величины весового износа образца стали 30XГСН2А и приводит к снижению величины весового износа более чем в 4 раза по сравнению с контрольными образцами.

На рис. 2 представлена зависимость толщины унесенного слоя образцов стали 30XГСН2А для исходного состояния и ионно-имплантированного состояния от времени испытаний.

Анализ кривых зависимости толщины унесенного слоя от времени испытаний для контрольных и имплантированных образцов показал, что зависимости имеют аналогичный вид для данных условий испытаний (рис. 2).

Исходя из анализа можно выделить стадию приработки и стадию стабильного изнашивания (рис. 1, 2). Для неимплантированных образцов стадия приработки составляет 25 мин., затем наступает стадия стабильного изнаши-

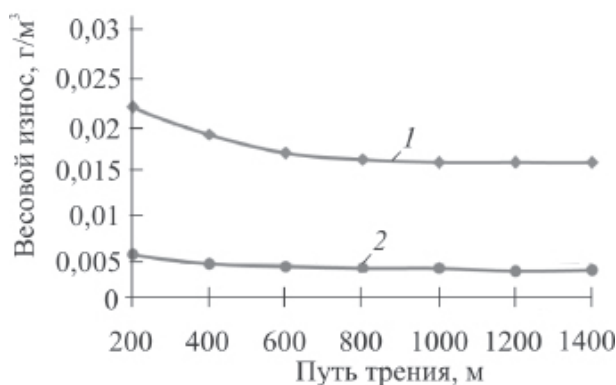


Рис. 1. Зависимость весового износа от пути трения

1 – для исходных образцов и 2 – для образцов, имплантированных ионами монотектического сплава, дополнительно легированного оловом (Cu-Pb-Sn)

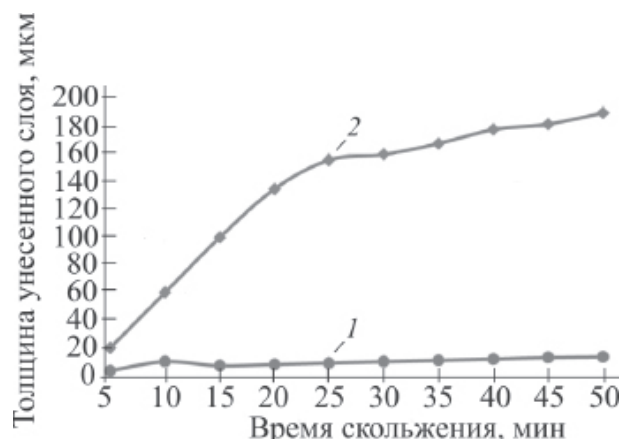


Рис. 2. Зависимость толщины унесенного слоя от времени испытаний

1 – для исходных образцов и 2 – для образцов, имплантированных ионами монотектического сплава, дополнительно легированного оловом (Cu-Pb-Sn)

вания. Время приработки для имплантированных образцов значительно меньше.

С помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) выполнены сравнительные исследования морфологических особенностей частиц изнашивания, формирующихся при разрушении поверхностных слоев. Установлено, что на стадии приработки неимплантированных образцов формируются частицы износа, которые по классификационным признакам можно отнести к частицам нормального изнашивания, сферическим частицам, ламинарным частицам, а также конгломератам частиц, формирующихся при вырывах поверхности трения.

Определено, что геометрические параметры частиц износа, формирующиеся на стадии приработки неимплантированных образцов, находятся в диапазоне 120–500 мкм. Параметры частиц износа при испытаниях образцов, имплантированных ионами монотектического сплава легированного оловом, не превышают 20 мкм.

Результаты дифрактограмм, снятых с исходного образца и образцов после имплантации, не выявили каких-либо качественных измене-

ний фазового состава материала. Такой вывод сделан при изучении структуры в объеме материала и тонком приповерхностном слое.

Однако ионная имплантация способствует измельчению структуры и повышению внутренних микронапряжений в кристаллической решетке (табл. 1).

Следует отметить, что приведенные значения являются усредненными по объему слоя глубиной 2 мкм. Можно предположить, что в поверхностном слое формируется особо мелкозернистая структура с искаженной кристаллической решеткой.

Для исследования с помощью просвечивающего электронного микроскопа изготовление фольги проводилось при помощи фокусированного ионного пучка (FIB, Focused Electron Beam) на оборудовании FEI Quanta 3D FEG с разрешением 5 нм. Перпендикулярно поверхности вырезали клин $8 \times 7 \times 0,1$ мкм, который извлекали с помощью манипулятора на медную подложку с микродержателем. Извлеченный образец приваривали платиновым ионным пучком к микродержателю.

Общая структура клина, вырезанного из поверхности стали 30ХГСН2А имплантированной

Таблица 1

Параметр кристаллической решетки a и размер кристаллитов D в стали 30ХГСН2А

Образец	Параметр решетки a , нм	Размер кристаллитов, D , нм	Упругие микродеформации, ε
Исходные	$0,28693 \pm 0,0002$	$> 2070 \pm 250$	$0,56 \pm 0,01$
Обработанный пучком ионов (Cu-Pb-Sn)	$0,28710 \pm 0,0002$	$< 966 \pm 145$	$0,63 \pm 0,01$

ной ионами монотектического сплава, легированного оловом $\text{Cu}_{64}\text{Pb}_{36} + \text{Sn}$, представлена на рис. 3.

На рисунке хорошо видно как в результате многоэлементной имплантации ионами металлов Cu-Pb-Sn в поверхностном слое стали 30ХГСН2А формируется сложная многослойная структура, состоящая из хорошо различающихся зон: поверхностный легированный слой и приповерхностный слой.

Первая зона – *поверхностный легированный слой* имеет толщину в среднем около 1 мкм и отличается значительной фрагментацией структуры. В структуре наблюдаются отдельные кластеры и по абсорбционному контрасту можно предположить, что они содержат свинец и олово, что и подтверждается данными электронограмм (рис. 4, б), полученных с этих участков.

Кластеры различаются по следующим размерам: нано (1–20 нм), мезо 1 (20–30 нм), мезо 2

(30–80 нм), мезо 3 (~ 1 мкм), далее следует микроуровень – вся толщина зоны 1 (рис. 4, а). Условно можно характеризовать наноструктурирование в трех уровнях: нано – мезо – микро.

Темные кластеры (20–30 нм) наблюдаются на светлом фоне. Такой абсорбционный контраст показывает, что окружающий их объем содержит более легкий элемент, в нашем случае это может быть медь.

Рассмотрим возможный качественный механизм образования мезоскопической структуры, начиная с наноуровня. Благодаря сродству атомы начинают собираться в кластеры, находясь в атомновозбужденном состоянии. Если исходное состояние представляет смесь атомов трех видов, то первоначальный объем кластера должен быть образован с учетом принципа наименьшего действия на работу по его созданию. В нашем случае такими атомами оказываются атомы олова и свинца. Олово-свинцовая эвтектика соответствует таким требованиям, так как необходимо минимальное количество энергии на ее создание.

Однако любое фазовое превращение протекает с образованием избыточного объема, приводящего к возникновению поля упругих напряжений вокруг него. Таким образом, вновь образованная частица является концентратором напряжений, для компенсации которых в области растяжения должны поступить атомы с меньшим атомным диаметром, какими являются атомы меди. Свинец и олово мало растворимы в меди (диаграммы имеют монотектический характер).

Дифракционный анализ и метод темнопольной микроскопии позволяет сделать вывод, что

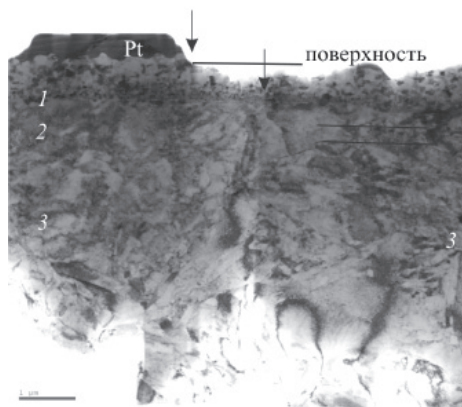
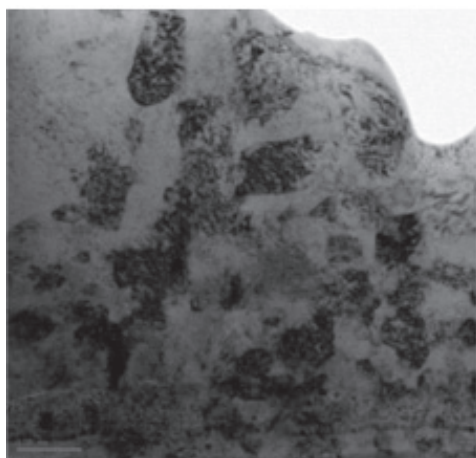
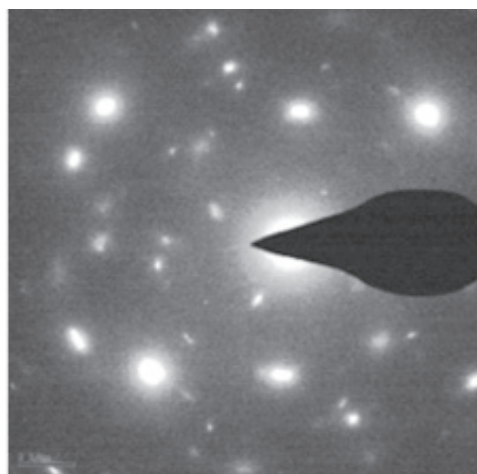


Рис. 3. Общая структура клина, вырезанная из имплантированного образца стали 30ХГСН2А (масш. линейка = 1 мкм)



а



б

Рис. 4. Микроструктура зоны поверхностного слоя (а) и картина микродифракции (б) (масш. линейка = 100 нм)

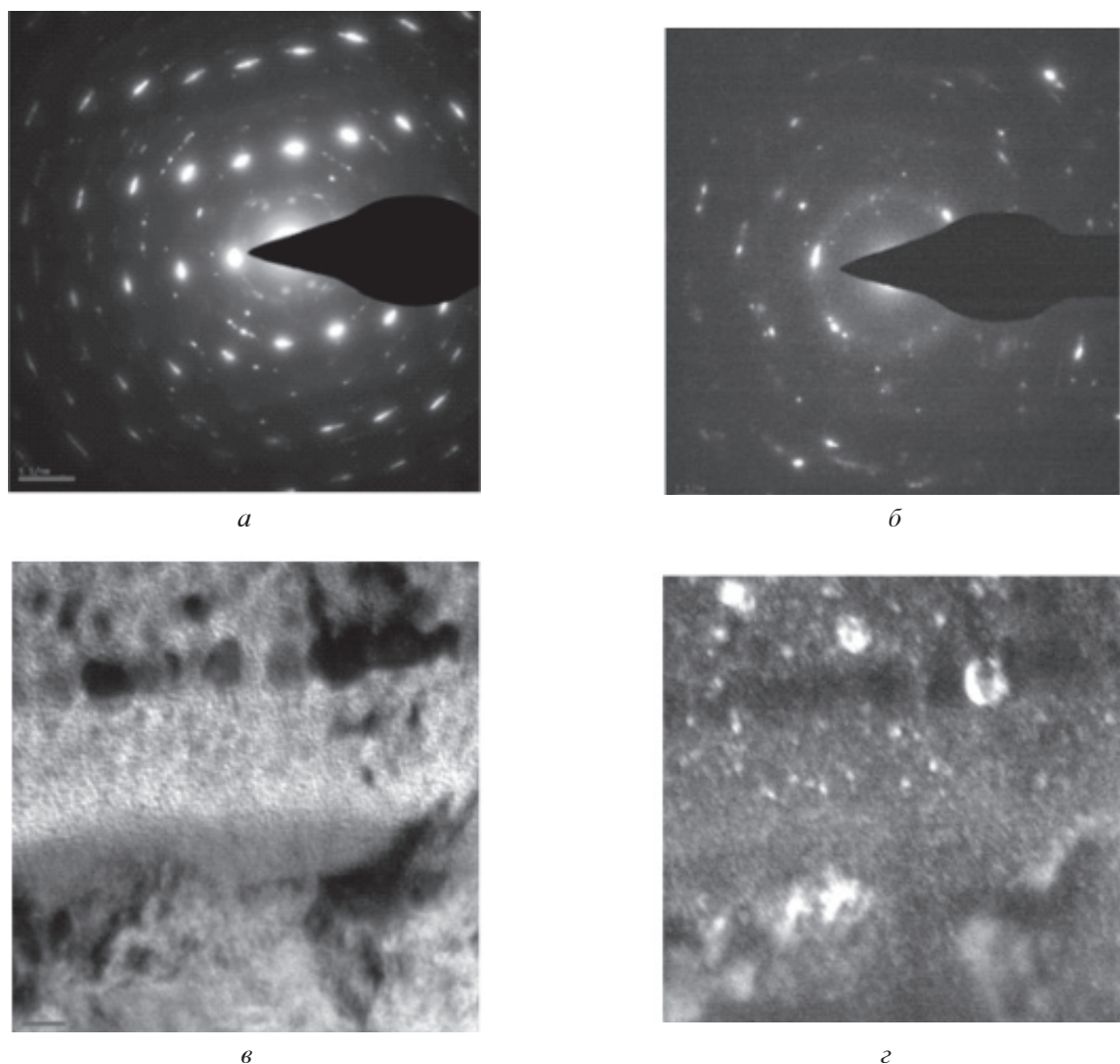


Рис. 5. Микроэлектронogramмы (а, б) и микроструктура (в – светлое поле, з – темное поле в рефлексе) поверхностного слоя (масш. линейка = 10 нм)

структура поверхностного слоя имеет ярко выраженный фрагментированный характер (рис. 5). Геометрия соответствующих рефлексов (рис. 5, а) указывает на наличие существенной азимутальной разориентировки (5–15°) фрагментов.

На снимке высокого разрешения (рис. 6), снятого с поверхностного слоя, между фрагментированными участками кристаллической структуры видны области с сильно разупорядоченным характером. Можно предположить, что поверхностный слой имеет мелкокристаллическую структуру с присутствием небольшого объема (~ 10%) аморфной составляющей.

Интерес также представляют округлые темные частицы с размером 5–10 нм, находящиеся на глубине примерно 1 мкм (рис. 5, в, з).

По абсорбционному контрасту можно сделать заключение, что частицы состоят, в ос-

новном, из тяжелых элементов. Анализ электронограмм (табл. 2) позволяет установить принадлежность ряда рефлексов отражения от плоскостей (111), (200), (220) свинца и (200), (101), (220) олова. Анализ темнопольных изображений показал, что в данных рефлексах светятся именно эти округлые темные частицы, т.е. – это фазы на основе свинца и олова.

Приповерхностный слой представляет структуру реечного мартенсита (рис. 7) с развитой дислокационной структурой. При этом дислокации распределены неравномерно, встречаются места с их высокой плотностью.

Анализ структуры позволяет сделать вывод, что в результате многоэлементной имплантации поверхности стали 30ХГСН2А ионами трех тяжелых металлов в тонком поверхностном слое происходят значительные концентрационные изменения с образованием кластеров,

Таблица 2

Результаты измерений по картине микродифракции

Радиусы дифракционных колец, мм		Межплоскостные расстояния в эксперименте, нм Fe Cu		Табличные данные, нм				Предполагаемые составляющие	Плоскость сечения обратной решетки
				Sn	Pb				
R1	183	I = 10	0,633	—	—	—	—	—	—
R2	197	10	0,589	—	—	—	—	—	—
R3	230	10	0,504	—	—	—	—	—	—
R4	225	100	0,516	—	—	—	0,495	—	—
R5	221	20	0,525	—	—	—	—	—	—
R6	248	30	0,468	—	—	—	—	—	—
R7	327	10	0,355	—	—	—	0,353	—	(111) _{Pb}
R8	411	40	0,282	—	—	0,291	0,282	—	(200) _{Sn} (200) _{Pb}
R9	416	100	0,278	—	—	—	—	—	—
R10	417	100	0,278	—	—	0,279	0,247	Возможны твердые растворы Pb в Cu	(101) _{Sn} (220) _{Pb}
R11	515	30	0,225	—	—	—	—	—	—
R12	630	30	0,184	0,201	0,208	0,205	—	Возможны твердые растворы Sn в Cu	(111) _{Cu} (220) _{Sn}
R13	637	30	0,182	—	0,180	—	—	—	(110) _{aFe} (200) _{Cu}
R14	719	50	0,161	0,141	—	—	—	—	(200) _{aFe}
R15	946	10	0,123	0,117	0,127	—	—	—	(211) _{aFe} (200) _{Cu}

обогащенных внедряемыми элементами, а также наблюдается существенная фрагментация структуры на наноуровне.

При этом влияние многоэлементной имплантации распространяется на значительную глубину, вызывая изменения дислокационной структуры приповерхностного слоя. Это может быть связано с генерацией дислокаций в поверхностном слое и их движением под дей-

ствием внутренних механических напряжений, источником которых являются внедренные атомы имплантируемых элементов.

Механизм образования такой сложной многослойной структуры можно объяснить значительными ротационными модами деформации и связанными с ними вихревыми потоками, возникающими при бомбардировке комплексом тяжелых ионов.

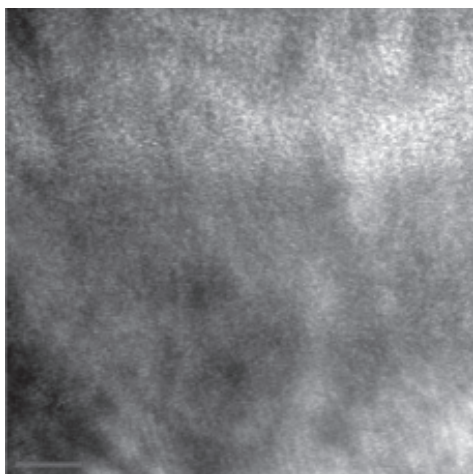


Рис. 6. Прямое разрешение решетки
(масш. линейка = 5 нм)

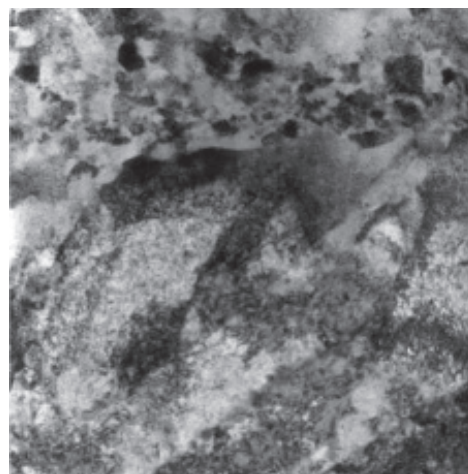


Рис. 7. Микроструктура зоны – 2
Приповерхностный слой (масш. линейка = 0,2 мкм)

Образование такой структуры прямым образом касается трибологических свойств имплантированного слоя. Известно, что повышение износостойкости поверхностного слоя при ионной имплантации происходит в результате действия четырех основных механизмов – твердорастворного, дисперсионного, дислокационного и зернограницного упрочнения. В нашем варианте повышение трибологических свойств поверхностного слоя стали может быть связано с действием последних трех механизмов.

Заключение

Полученные в ходе проведенных исследований результаты, показали, что имплантация стали 30ХГСН2А ионами монотектического сплава, легированного оловом, существенно повышает износостойкость деталей из стали 30ХГСН2А при сухом трении.

Установлено, что область влияния имплантации состоит из следующих основных зон:

- поверхностного легируемого слоя, структура в котором контролируется релаксационными процессами с трансляционно-ротационным механизмом;

- приповерхностного слоя, т.е. зоны влияния внутренних напряжений, возникающих в поверхности и релаксировавших в матрицу.

Список литературы

1. Овчинников В.В., Козлов Д.А., Якутина С.В., Немов А.С. Влияние имплантирования ионов меди и свинца на свойства стали 30ХГСН2А. // Машиностроение и инженерное образование. 2010. №4. С. 38–45.
2. Овчинников В.В., Козлов Д.А., Якутина С.В., Немов А.С. Свойства и состав поверхности стали 30ХГСН2А в зависимости от дозы облучения ионами меди и свинца // Известия МГИУ. 2010. №3. С. 15–20.
3. Авраамов Ю.С., Шляпин А.Д. Теоретические основы, технология и свойства сплавов на основе несмешивающихся компонентов: Учебное пособие. – М.: МГИУ, 2002. – 376 с.
4. Авраамов Ю.С., Кравченко А.Н., Королёв С.Ю., Лукьяненко Е.В., Овчинников В.В., Шляпин А.Д. Получение наукоемких материалов на основе системы несмешивающихся компонентов Cu-Pb для изготовления катодов ионного имплантера // Наукоемкие технологии в машиностроении. 2012. №3. С. 44–48.

Материал поступил в редакцию 20.11.13

**ЛУКЬЯНЕНКО
Елена Владимировна**

E-mail: lev_2506@mail.ru
Тел.: (495) 276-33-24

Кандидат технических наук, начальник НИО ФБГОУ ВПО «МГИУ». Сфера научных интересов – разработка новых конструкционных материалов, ионная имплантация, трибология, системы несмешивающихся компонентов. Автор 14 статей, четырех патентов на изобретение.

**ОВЧИННИКОВ
Виктор Васильевич**

E-mail: vikov1956@mail.ru
Тел.: (916) 512-43-82

Доктор технических наук, профессор кафедры «Материаловедение и технологии конструкционных материалов» ФГБОУ ВПО МГИУ. Сфера научных интересов – разработка новых алюминиевых сплавов и технологий получения из них сварных соединений с высоким уровнем свойств. Автор двух монографий, более 240 научных статей, 110 изобретений.

**ИСТОМИН-КАСТРОВСКИЙ
Владимир
Владимирович**

E-mail: istominv@mail.ru
Тел.: (495) 412-85-30

Кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник НИТУ «МИСИС», Национальный технологический университет Московский государственный институт стали и сплавов. Сфера научных интересов – электронная микроскопия, физика твердого тела, разработка новых конструкционных материалов и покрытий. Автор – 86 публикаций.

**БОРОВИН
Юрий Михайлович**

E-mail: borovin@mail.ru
Тел.: (495) 620-39-67

Кандидат технических наук, проректор по стратегическому развитию ФГБОУ ВПО «МГИУ». Сфера научных интересов – материаловедение, финишные методы обработки деталей, информационные технологии, науковедение. Автор более 40 научных статей.

**СКАКОВА
Татьяна Юрьевна**

E-mail: Tanya.skakova@mail.ru
Тел.: (495) 617-69-32
Моб. тел.: (916) 537-86-36

Кандидат физико-математических наук, доцент кафедры материаловедения и технологии композиционных материалов ФГБОУ ВПО «МГИУ». Сфера научных интересов – тонкая структура металлических материалов, в том числе после ионной имплантации, структура межзеренных и межфазных границ, структура керамических материалов. Автор 15 научных статей.