

УДК 669.29

ИЗУЧЕНИЕ УПРОЧНЕННОГО НИОБИЕВОГО СПЛАВА 5ВМЦ МЕТОДОМ РФЭС

А. В. Иванченко

Волгоградский государственный университет, Волгоград, Россия

Е. Е. Складнова

Балтийский технический университет, С.-Петербург, Россия

Определен химический состав поверхностных слоев деталей на различных стадиях обработки.

Метод рентгенофотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) основан на регистрации энергетических спектров электронов, эмитируемых с поверхности твердого образца под воздействием первичного рентгеновского возбуждения.

Метод позволяет качественно и количественно определять состав поверхности твердого тела, характеризуется высокой чувствительностью, быстротой получения спектров и возможностью обнаружения всех элементов, формирующихся в приповерхностных слоях, которые могут отличаться от химического состава в объеме.

Подобное формирование химического состава возможно в результате различного рода технологических обработок металлических материалов, в частности, механико-химико-термическая обработка (МХТО) [1—3].

Были проведены исследования по изучению химического состава сплава 5ВМЦ, прошедшего МХТО, с установлением характера распределения элементов, в частности, азота по сечению образцов.

Результаты этих исследований позволили сделать количественную и качественную оценки химического и фазового составов по сечению образцов. Обычные методы химического анализа не позволяют определить и идентифицировать наличие и количество всех элементов в объеме и приповерхностных слоях, определить градиент концентрации элемента внедрения на различных стадиях МХТО.

Цель настоящего исследования — проведение сравнительного анализа химического состава приповерхностных слоев образцов последовательно на каждой стадии МХТО, включающего определение основных элементов состава, элементов внедрения, а также примесных элементов сплава на поверхности образцов и определение градиента концентрации элемента внедрения.

Объектом исследований являлись образцы из сплава 5ВМЦ (основа — ниобий, 5 % — вольфрам, 2 % — молибден, 1 % — цирконий), прошедшие упрочнение путем МХТО.

Методом РФЭС были исследованы:

исходный образец в нагартованном состоянии (СПД = 70 %) (маркировка — 1);

образец, прошедший стадию азотирования при температуре 800 °С в течение 10 ч (маркировка — 2);

образец после двух стадий МХТО — азотирование и вакуумный отжиг при температуре 1000 °С в течение 1,5 ч в вакууме 10^{-6} мм рт. ст. (маркировка — 3);

образец после полной обработки МХТО — азотирование, вакуумный отжиг и второй вакуумный отжиг при температуре 1250 °С в течение 4 ч (маркировка — 4).

Названные образцы подвергали предварительной обработке — механическому полированию поверхности. После загрузки в камеру образцы прогревали в вакууме с целью удаления газов. Нагрев осуществлялся электронным пучком, направленным на медный держатель образца. Температуру контролировали с помощью термомпары, контактирующей с образцом.

Режим нагрева контролировался по изменению давления в камере при постепенном увеличении температуры образцов до 600 °С. Образцы прогревали при этой температуре и давлении 10^{-6} мм рт. ст. в течение 5 мин, после чего их помещали в анализирующую камеру.

Качественный анализ обзорных пиков на спектрах, полученных для всех образцов, показывает, что на поверхности присутствуют элементы, входящие в исследуемый сплав, что представлено линиями спектров, однозначно соответствующих эталонным:

для ниобия: Nb (3S); Nb (3d₅); Nb (3P₃);

для циркония: Zr (3d₅);

для вольфрама: W (4f₇).

В настоящей работе получены количественные значения основных элементов, изменение которых наиболее характерно для процессов МХТО. Определено процентное содержание (мас. %) таких элементов, как ниобий, цирконий, азот, кислород и железо (см. таблицу).

Содержание элементов в приповерхностном слое сплава 5ВМЦ после различных стадий МХТО

| Режим обработки | Маркировка образцов | Доля элементов, мас. % | | | | |
|----------------------------------|---------------------|------------------------|-----------------------|--------|--------|-----------------------|
| | | Nb (3P ₃) | Zr (3d ₅) | N (1S) | O (1S) | Fe (2P ₁) |
| Исходный образец (без обработки) | 1 | 32,5 | 0,78 | — | 0,006 | 0,003 |
| Стадия азотирования | 2 | 30,0 | 0,65 | 0,055 | 0,004 | 0,0085 |
| Один вакуумный отжиг | 3 | 23,1 | 0,41 | — | 0,004 | 0,004 |
| Полная обработка МХТО | 4 | 26,4 | 0,49 | — | — | 0,0043 |

Кроме того, анализ ширины пиков, их сдвига по величине кинетической энергии относительно характерных для спектров образцов 2, 3, 4 показывает наличие на их поверхности соединений ниобия и циркония с элементами внедрения — азотом.

По значениям, приведенным в таблице, содержание железа и кислорода на различных стадиях МХТО соответствует их примесному содержанию.

Ниобий и цирконий присутствуют во всех образцах, однако по мере обработки на разных стадиях создается градиент концентраций этих элементов на поверхности, что свидетельствует о перераспределении их в приповерхностных слоях и в сердцевине. Кроме того, уменьшение концентрации элементов на поверхности образцов должно быть связано с формированием комплексов типа элемент — азот.

Это фиксируется на спектрах соответствующими пиками: для соединений азот — цирконий на образцах 2, 3 и особенно на образце 1; для соединений ниобий — азот — только на образцах 3 и 4, особенно на образце 4, прошедшем полную обработку МХТО. На образце 1 без обработки подобные характерные пики отсутствуют.

Присутствие азота в приповерхностном слое зафиксировано в образце после насыщения (см. образец 2) наличием характерного пика. Поэтому определить количество чистого азота по расчетам с использованием метода РФЭС представлялось возможным лишь для этого образца. Однако судя по характеру спектров, можно качественно судить о наличии азота в составе нитридных комплексов с ниобием и цирконием.

Получив значения содержания азота на поверхности после насыщения, возможно определение его градиента концентрации в сравнении с исходным состоянием (ΔC_0) и с содержанием в сердцевине ($\Delta C_{ц}$), которые соответственно составили:

$$\Delta C_0 = 0,049 \text{ мас. \%}; \quad \Delta C_{ц} = 0,025 \text{ мас. \%}.$$

Таким образом, используя метод РФЭС при изучении упрочненного ниобиевого сплава, можно сделать следующие выводы:

идентифицированы и вычислены значения содержания основных и примесных элементов в поверхностном слое образцов;

выявлено различие в качественном и количественном составах поверхности образцов после различных стадий обработки МХТО;

показано, что насыщение поверхности азотом приводит к резкому повышению концентрации этого элемента в поверхностном слое, а последующие две стадии обработки приводят к его уменьшению;

определены градиенты концентраций азота: по отношению к исходному состоянию (до насыщения) $\Delta C_0 = 0,049$ мас. %, по отношению к содержанию азота в центре образца — $\Delta C_{ц} = 0,025$ мас. %, что составило в относительных единицах соответственно 0,11 и 0,45.

Литература

1. Иванова Т. И., Емельянова Л. И., Складнова Е. Е. Судостроительная пром-сть. Сер. Металловедение. — Л.: Металлургия, 1989. № 14. С. 28.
2. Анализ поверхности методами ОЖЕ- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Под ред. Д. Бригга. — М.: Мир, 1987.
3. Иванова Т. И., Емельянова Л. И., Складнова Е. Е.: А. с. 1225265 от 15.12.85 г.

STUDY OF A STRENGTHEN ND ALLOY 5BMЦ BY X-RAY SPECTROSCOPY

A. V. Ivanchenco

Volgogradsky State University, Volgograd, Russia

E. E. Scladnova

Baltic Technical University, S.-Peterburg, Russian Federation

The chemical composition of surface layer patterns was determined on the different stages of the processing.