



www.volsu.ru

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ

DOI: <https://doi.org/10.15688/NBIT.jvolsu.2020.3.6>

УДК 539.2:669.155.3

ББК 34.2

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ ИЗ НИОБИЕВОГО СПЛАВА 5 ВМЦ ПОСЛЕ ВНУТРЕННЕГО АЗОТИРОВАНИЯ

Константин Олегович Смирнов

Старший преподаватель кафедры судебной экспертизы и физического материаловедения,
Волгоградский государственный университет
priori@volsu.ru
просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

Аннотация. В работе рассматривается возможность изучения тонкой структуры образцов из ниобиевого сплава 5 ВМЦ (марка 5В2МЦ-2), прошедших внутреннее азотирование методом рентгеноструктурного анализа. Показан расчет плотности дислокаций, представляющий один из параметров тонкой структуры с помощью различных методик. Рассмотрено его влияние на возможные режимы внутреннего азотирования.

Ключевые слова: рентгеноструктурный анализ, плотность дислокаций, упрочнение ниобиевых сплавов.

Введение

Создание перспективных конструкционных жаропрочных сплавов, обладающих достаточным запасом пластичности, является одной из важнейших инновационных задач материаловедения.

Известно, что ниобий по комплексу важнейших физико-химических, механических и технологических свойств является наиболее перспективным и ценным материалом для ис-

пользования в атомной энергетике, ракетной и авиационной технике [5; 7].

Наиболее перспективным способом упрочнения ниобиевых сплавов является введение высокостабильных фаз внедрения нитридов, оксидов, карбидов, инертных относительно матрицы [2; 3].

В задачах практического использования азотированных сплавов принципиальным является вопрос о термической стабильности структуры. Так, упрочнение жаропроч-

ных ниобиевых сплавов может быть связано с использованием особенностей ультрамелкозернистой структуры с ультрадисперсными нитридами (реализация дислокационной ячеисто-нитридной структуры, в которой растворимость азота превышает равновесное значение). Выделение избыточной фазы при таком дисперсном упрочнении будет происходить не сразу, а в процессе дополнительных вакуумных отжигов, благодаря чему удастся избежать охрупчивания металла из-за возникновения слоя поверхностных нитридов.

При деформации некоторых металлов и сплавов (в основном твердых растворов) может происходить принципиальная перестройка их тонкой структуры, связанная с образованием ячеек. Под параметрами тонкой структурой металла [6; 8] обычно понимают размер блоков (областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей), уровень внутренних искажений в кристаллах и плотность линейных дефектов, таких как плотность дислокаций.

Известно, что азот является наиболее эффективным упрочнителем ниобиевых сплавов. Нитриды в качестве упрочняющей фазы в ниобии и некоторых других тугоплавких металлах обладают некоторыми преимуществами перед карбидами: они термодинамически более стабильные соединения, имеющие относительно узкие области гомогенности и низкий уровень растворимости. Эти качества нитридов позволяют вводить в сплавы большие объемные содержания упрочняющей фазы и сохранять ее дисперсность в процессе длительной службы сплава при высоких температурах [2].

Фазы внедрения (оксиды, карбиды, нитриды) способствуют повышению сопротивления ползучести и длительной прочности, являясь преградами на пути движения дислокаций, а также препятствуют рекристаллизации при высоких температурах, блокируя границы зерен.

При этом дисперсность выделяющихся нитридов не зависит от глубины внутреннего азотирования, а их размер имеет исключительно высокую дисперсность (радиус не превышает 4–10 нм). Термическая стабиль-

ность нитридов при этом может достигать 1 600 °С [2; 3].

Также благодаря стабилизирующему действию нитридов возможно повышение жаропрочности тугоплавких металлов. Образовавшееся покрытие при азотировании препятствует движению и выходу дислокаций на поверхность. При азотировании ниобиевых сплавов температура начала рекристаллизации может повышаться на 350 °С [2]. Жаропрочность может значительно повыситься с увеличением концентрации легирующих элементов. Таким образом зона внутреннего азотирования будет полностью определяться созданием диффузионного слоя, который будет определяться выбранным режимом химико-термической обработки [4].

Исследование образцов

Для исследования были выбраны образцы, изготовленные из ниобиевого сплава 5 ВМЦ (марки 5В2МЦ-2 согласно ГОСТ 26468-85 Сплавы деформируемые на основе ниобия. Марки) со следующим химическим составом: мас. %: 4,5...5,6 W; 1,7...2,3 Mo; 0,7...1,15 Zr; 0,02 C.

Данный сплав относится к низколегированным жаропрочным сплавам ниобия с твердорастворным упрочнением и обладает высокими показателями жаропрочности и низкотемпературной пластичности.

Исследуемые образцы прошли внутреннее азотирование по следующим режимам: образец № 1 550 °С – 10 ч + вакуумный отжиг 1200° – 1,5 ч; № 2 800 °С – 10 ч + вакуумный отжиг 1000° – 1,5 ч, 1200° – 1 ч, а также исходный образец № 3 – ниобиевый сплав 5 ВМЦ без азотирования.

Рентгеноструктурный анализ проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М в медном и железном излучении (см. рис. 1–8).

По данным дифрактограмм, используя различные методики расчета [1; 3; 6], были получены значения плотности дислокаций.

Проведенный расчет показал, что полученные результаты имеют приблизительно равные значения в размерах степенного показателя (см. таблицу).



Рис. 1. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ, после азотирования 800 °С – 10 ч и отжигов 1,5 ч – 1000 °С и 1 ч – 1200 °С. Линия $(110)_\alpha$

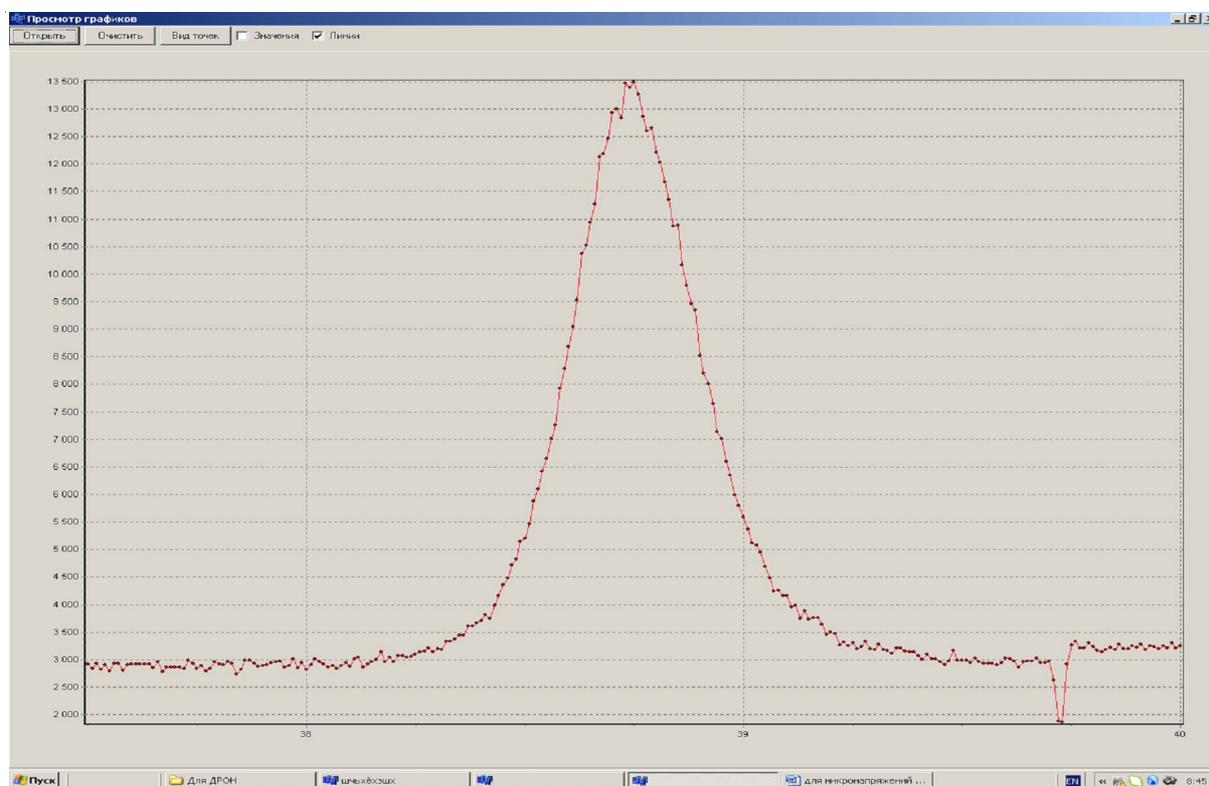


Рис. 2. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ в исходном состоянии. Линия $(110)_\alpha$



Рис. 3. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ, после насыщения азотом 800° – 10 ч и отжигов 1,5 ч – 1000 °С и 1 ч – 1200 °С. Линия $(211)_\alpha$



Рис. 4. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ в исходном состоянии. Линия $(211)_\alpha$

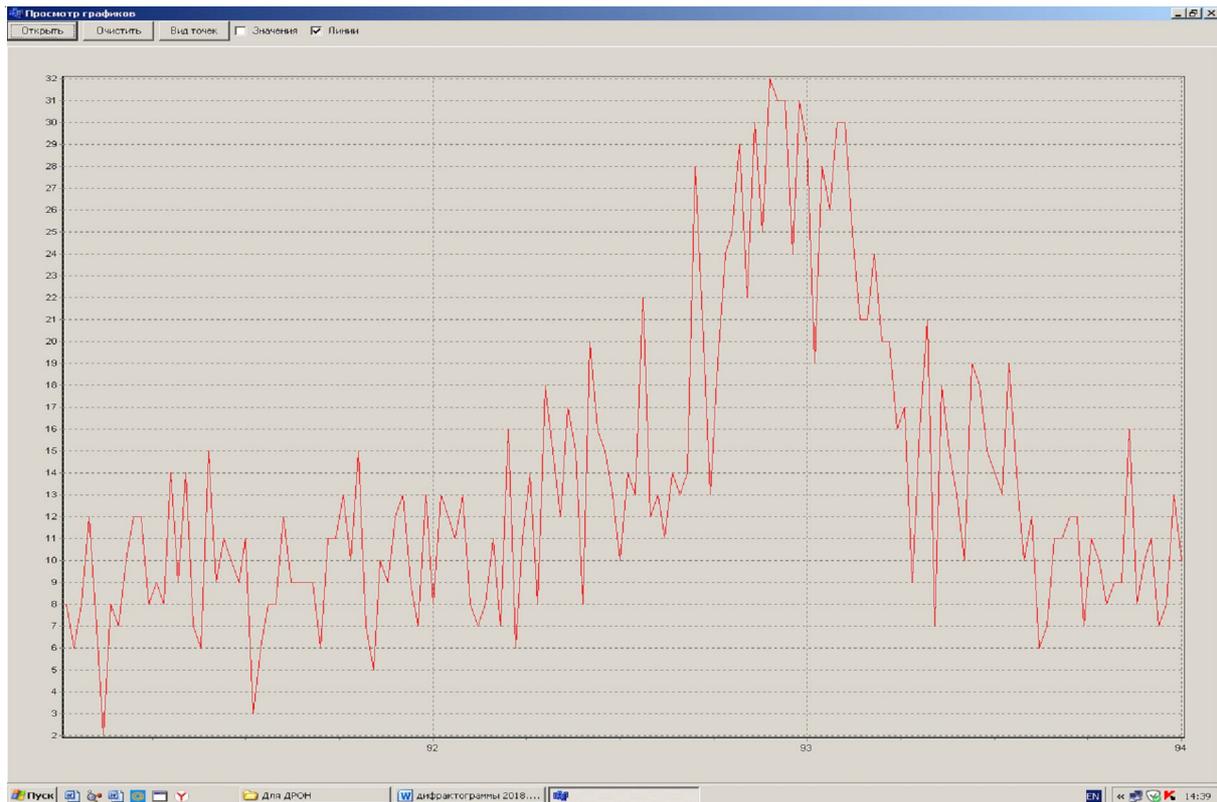


Рис. 5. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ, после насыщения азотом $550^{\circ} - 8$ ч и отжигов 1 ч – 1000°C и $1,5$ ч – 1200°C . Линия $(311)_{\alpha}$, Линия $(211)_{\alpha}$

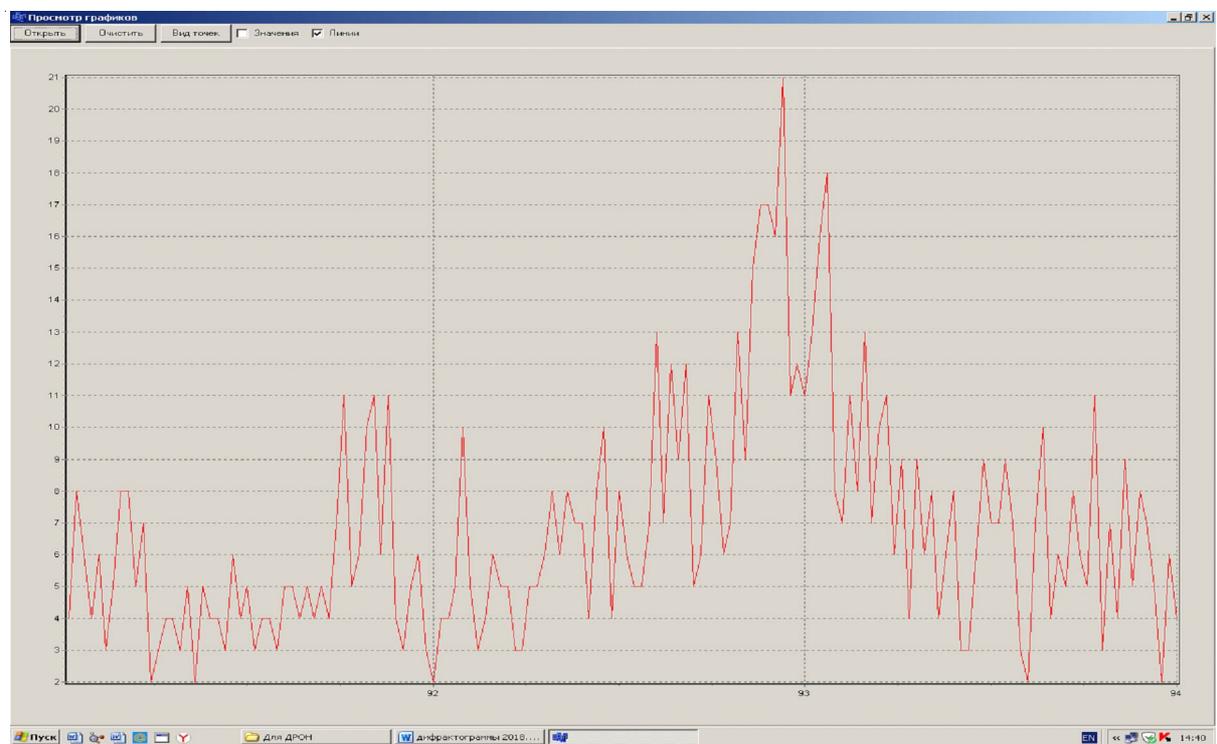


Рис. 6. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ в исходном состоянии. Линия $(211)_{\alpha}$

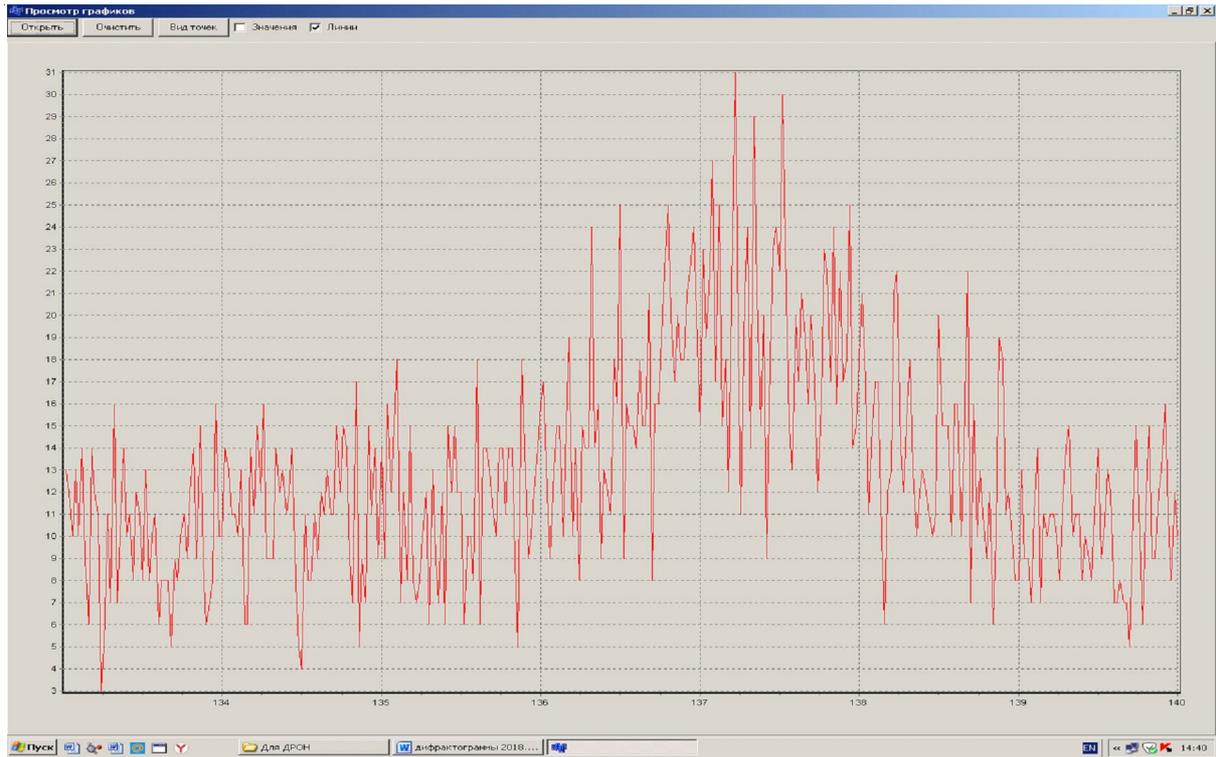


Рис. 7. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ, после насыщения азотом 550° – 8 ч и отжигов 1 ч – 1000 °С и 1,5 ч – 1200 °С. Линия (311)_α



Рис. 8. Фрагмент дифрактограммы образца из ниобиевого сплава 5 ВМЦ в исходном состоянии. Линия (311)_α

Результаты расчета плотности дислокаций, рассчитанной по различным методикам

Режим насыщения	Плотность дислокаций, $\rho = 8\varepsilon^2 / b^2$	Плотность дилокаций $\rho \perp = 0,8 \frac{ctg^2 \theta_2 \beta_2^2}{b^2}$	Плотность дислокаций $\rho = \left(\frac{Lf}{b^2}\right) ctg^2 \theta_2 \beta_2^2$	Плотность дислокаций $N = K_0 ctg^2 \Theta$
800 ⁰ С-10ч + вакуумный отжиг 1000 ⁰ С-1,5ч 1200 ⁰ С-1ч.	140 · 10 ¹⁴ м ⁻²	130 · 10 ¹⁴ м ⁻²	126 · 10 ¹⁴ м ⁻²	171 · 10 ¹⁴ м ⁻²
550 ⁰ С-10ч. + вакуумный отжиг 1200 ⁰ С-1,5ч.	199 · 10 ¹⁴ м ⁻²	161 · 10 ¹⁴ м ⁻²	220 · 10 ¹⁴ м ⁻²	192 · 10 ¹⁴ м ⁻²

Примечание. В таблице представлены средние значения из 3–5 измерений.

Различия в данных иногда могут быть связаны с влиянием на уширение дифракционных линий некоторой величины микроискажений кристаллической решетки.

По литературным [3] и экспериментальным данным рентгеноструктурного анализа была построена диаграмма зависимости значений плотности дислокаций от режимов насыщения (рис. 9) для ниобиевого сплава 5 ВМЦ, которая позволяет определить возможные режимы процесса внутреннего азотирования для данного сплава.

Выводы

1. Выполненные исследования позволяют рассмотреть возможность упрочнения жаропроч-

ных ниобиевых сплавов, связанные с использованием особенностей ультрамелкозернистой структуры с ультрадисперсными нитридами в рамках реализации дислокационной ячеистой нитридной структуры, в которой растворимость азота может превышать равновесные значения.

2. Полученные экспериментальные результаты дают возможность оценить влияние плотности дислокаций, как одного из параметра тонкой структуры на возможные режимы внутреннего азотирования.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Горелик, С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – М. : МИСИС, 2002. – 360 с.

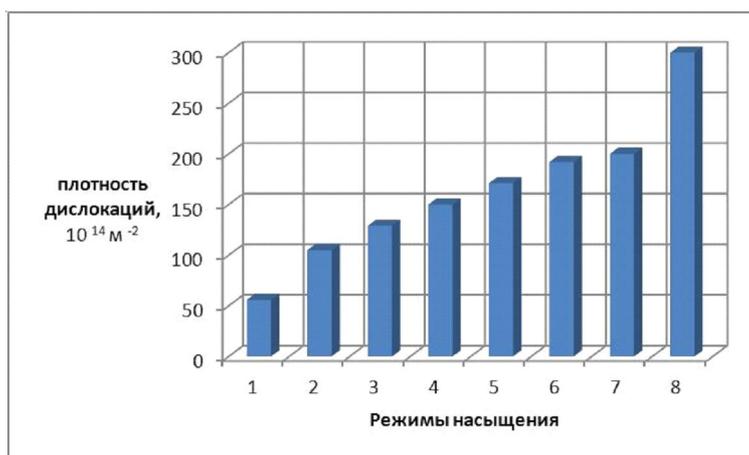


Рис. 9. Зависимость значений плотности дислокаций от режимов внутреннего азотирования.

По оси абсцисс введены следующие обозначения:

- 1 – насыщение при 550 °С – 10 ч; 2 – насыщение 1000 °С – 1 ч; 3 – насыщение 800 °С – 8 ч; 4 – насыщение 800 °С – 10 ч;
- 5 – насыщение 800 °С – 10 ч + вакуумный отжиг 1000 °С – 1,5 часа + вакуумный отжиг – 1200 °С – 1,5 ч;
- 6 – насыщение 700 °С – 20 ч; 7 – насыщение при 550 °С – 10 ч + вакуумный отжиг 1200 °С – 1,5 ч;
- 8 – насыщение при 700 °С – 10 ч

2. Иванченко, А. В. Определение температурного порога рекристаллизации ниобиевого сплава 5 ВМЦ до и после внутреннего азотирования / А. В. Иванченко, Е. Е. Складнова, К. О. Смирнов // Вестник Волгоградского государственного университета. Серия 1, Математика. Физика. – 2000. – Вып. 5. – С. 107–110.

3. Иванченко, А. В. Создание клатратно-ячейистой структуры как способ упрочнения ниобиевых сплавов / А. В. Иванченко, Е. Е. Складнова, К. О. Смирнов // Вестник Волгоградского государственного университета. Серия 1, Математика. Физика. – 1997. – Вып. 2. – С. 118–126.

4. Иванченко, А. В. Трибохимическое смещение температурного порога рекристаллизации ($T_{п.р.}$) сплавов / А. В. Иванченко, Е. Е. Складнова, К. О. Смирнов // Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении : тез. докл. I Всерос. семинара, г. Москва, апр. 1997 г. – М. : Изд-во МГУ, 1997. – С. 90.

5. Кашин, Д. С. Защитные покрытия для жаропрочных сплавов на основе ниобия / Д. С. Кашин, П. А. Стехов // Электронный научный журнал «ТРУДЫ ВИАМ». – 2015. – № 6. – С. 3–6.

6. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский, Ю. А. Скаков, А. Н. Иванов, Л. Н. Расторгуев. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.

7. Оспенникова, О. Г. Тугоплавкие сплавы для новой техники / О. Г. Оспенникова, В. Н. Подъячев, Ю. В. Столянков // Электронный научный журнал «Труды ВИАМ». – 2016. – № 10. – С. 55–64.

8. Хоникомб, Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. – М. : Мир, 1972. – 408 с.

REFERENCES

1. Gorelik S.S., Skakov Yu.A., Rastorguev L.N. *Rentgenograficheskij i elektronno-opticheskij analiz* [X-ray and Electron-Optical Analysis]. Moscow, MISIS Publ., 2002. 360 p.

2. Ivanchenko A.V., Skladnova E.E., Smirnov K.O. *Opređenje temperaturnog poroga rekristalizacii niobievog splava 5 VMC do i posle vnutrenneg azotirovaniya* [Determination of the Temperature Threshold of Recrystallization of Niobium Alloy 5 VMC Before and After Internal Nitriding]. *Vestnik VolGU. Seriya 1. Matematika. Fizika* [Mathematical Physics and Computer Simulation], 2000, iss. 5, pp. 107-110.

3. Ivanchenko A.V., Skladnova E.E., Smirnov K.O. *Sozdanie klatratno-yacheistoj struktury kak sposob uprochneniya niobievych splavov* [Creation of a Clathrate-Cellular Structure as a Method of Strengthening Niobium Alloys]. *Vestnik VolGU. Seriya 1. Matematika. Fizika* [Mathematical Physics and Computer Simulation], 1997, iss. 2, pp. 118-126.

4. Ivanchenko A.V., Skladnova E.E., Smirnov K.O. *Tribohimicheskoe smeshchenie temperaturnog poroga rekristalizacii ($T_{п.р.}$) splavov* [Tribochemical Displacement of the Temperature Threshold of Recrystallization ($T_{p.r.}$) of Alloys]. *Nelineynyye protsessy i problemy samoorganizatsii v sovremennom materialovedenii: tez. dokl. I Vseros. seminara, g. Moskva, apr. 1997 g.* Moscow, MGU Publ., 1997, p. 90.

5. Kashin D.S., Stekhov P.A. *Zashchitnye pokrytiya dlya zharoprochnych splavov na osnove niobiya* [Protective Coatings for Heat-Resistant Niobium-Based Alloys]. *Elektronnyj nauchnyj zhurnal «TRUDY VIAM»*, 2015, no. 6, pp. 3-6.

6. Umanskij Ya.S., Skakov Yu.A., Ivanov A.N., Rastorguev L.N. *Kristallografiya, rentgenografiya i elektronnaya mikroskopiya* [Crystallography, X-ray Diffraction and Electron Microscopy]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1982. 632 p.

7. Ospennikova O.G., Podyachev V.N., Stolyankov Yu.V. *Tugoplavkie splavy dlya novej tekhniki* [Refractory Alloys for New Equipment]. *Elektronnyj nauchnyj zhurnal «Trudy VIAM»*, 2016, no. 10, pp. 55-64.

8. Honikomb R. *Plasticheskaya deformaciya metallov* [Plastic Deformation of Metals]. Moscow, Mir Publ., 1972. 408 p.

**INVESTIGATION OF THE FINE STRUCTURE
OF 5 VMC NIOBIUM ALLOY SAMPLES AFTER INTERNAL NITRIDING**

Konstantin O. Smirnov

Senior Lecturer, Department of Forensic Science and Physical Materials Science,
Volgograd State University
priori@volsu.ru
Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

Abstract. The paper considers the possibility of studying the fine structure of samples made of niobium alloy 5 VMC (grade 5B2MC-2), which underwent internal nitriding by X-ray diffraction analysis. The calculation of the dislocation density, which represents one of the parameters of the fine structure using various techniques, is shown. Its influence on the possible modes of internal nitriding is considered.

Key words: X-ray diffraction analysis, dislocation density, hardening of niobium alloys.