

Влияние импульсного ионно-плазменного воздействия и электронного облучения на механические свойства сплава Инконель 718

А. Б. Цепелев, А. С. Демин, Е. В. Морозов, Е. Е. Старостин, В. И. Товтин

Исследовано влияние импульсного ионно-плазменного облучения на установке Плазменный Фокус “Вихрь” и облучения электронами с энергией 20 МэВ на ускорителе Микротрон-СТ на механические свойства дисперсионно-твердеющего сплава Инконель 718, полученного методом селективного лазерного сплавления. Установлено, что ионно-плазменное и электронное облучение не влияет на свойства сплава, что объясняется малой толщиной модифицированного слоя при облучении на установке Плазменный Фокус и недостаточно высокой дозой электронного облучения для проявления радиационно-стимулированных процессов перераспределения и растворения дисперсных выделений упрочняющих фаз. Полученные результаты свидетельствуют о высоком сопротивлении распространению трещин и отсутствии склонности исследованного сплава к охрупчиванию.

Ключевые слова: дисперсионно-твердеющий сплав Инконель 718, когерентные и некогерентные фазовые выделения, ионно-плазменное облучение на установке Плазменный Фокус, электронное облучение, механические свойства, метод вдавливания пуансона в дисковый микрообразец.

DOI: 10.30791/1028-978X-2021-1-35-41

Введение

Жаропрочный дисперсионно-твердеющий аустенитный Ni – Cr сплав Инконель 718 широко применяется при изготовлении критически важных деталей авиационных газотурбинных двигателей и двигателей космических аппаратов, компрессоров, химических аппаратов, пароперегревателей. Он обладает превосходной коррозионной и износостойкостью, высокими прочностными свойствами при повышенных температурах, легко обрабатывается давлением в горячем состоянии и хорошо сваривается. Высокие эксплуатационные характеристики сплавов семейства Инконель обусловлены упрочнением аустенитной матрицы дисперсными выделениями γ' (ГЦК $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$) и γ'' (ОЦТ Ni_3Nb) фаз, образующихся в процессе двухэтапного старения при 720 – 750 °С (~ 10 ч) и 620 – 650 °С (~ 20 ч). Тетрагональная γ'' -фаза является метастабильной, и вследствие диффузии Nb в аустенитной ГЦК матрице при высоких температурах

(> 650 °С) когерентные выделения γ'' -фазы, обеспечивающие основной вклад в упрочнение сплава, превращаются в некогерентные выделения равновесной орторомбической δ -фазы того же состава, что уменьшает эффект упрочнения сплава, а также повышает его восприимчивость к горячему растрескиванию [1 – 3].

В последние годы все чаще рассматривается возможность использования сплавов семейства Инконель как материалов для элементов конструкции мощных ускорителей, нейтронных источников, ядерных и термоядерных реакторов [4, 5], что делает актуальной задачу исследования влияния различных видов импульсного и непрерывного радиационного воздействия на структуру и свойства этих сплавов.

В работе [6] изучена структура сплава Инконель 718 после облучения импульсными потоками ионов гелия и гелиевой плазмы на установке Плазменный Фокус “Вихрь”, однако кроме измерения микротвердости никаких исследований влия-

Таблица 1

Химический состав сплава Инконель 718, полученного методом селективного лазерного сплавления порошка (масс. %)

Table 1

Chemical composition of Inconel 718 alloy produced by selective laser fusion of powder (wt. %)

Химический состав, масс. %							
Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Si
53,0	19,0	17,0	5,40	3,30	1,0	1,0	0,3

ния облучения на механические свойства сплава не проводилось.

Цель данной работы — исследование влияния импульсного ионно-плазменного воздействия и непрерывного облучения электронами с энергией 20 МэВ на механические свойства сплава Инконель 718, полученного методом селективного лазерного сплавления порошков.

Методика эксперимента

Сплав Инконель 718 получен методом селективного лазерного сплавления порошка размером ~ 45 мкм по технологии, представленной в [6]. После сплавления проводили стандартную для дисперсионно-твердеющих сплавов типа Инконель термическую обработку (закалка + старение). Химический состав сплава приведен в табл. 1.

Образцы для облучения представляли собой фольги толщиной 0,23 мм, полученные прокаткой с промежуточными отжигами. Размер образцов для облучения на установке Плазменный Фокус (ПФ) составлял 10 × 10 мм, а для облучения электронным пучком на ускорителе Микротрон-СТ — 50 × 20 мм. После прокатки фольги отжигали в вакууме при температуре ~ 750 °С в течение 1 ч, что близко к штатному режиму отжига дисперсионно-твердеющего сплава Инконель для получения максимальных прочностных характеристик.

Облучение образцов на установке ПФ проводили по методике [6] в атмосфере водорода в условиях, исключающих оплавление поверхности. Общее количество импульсов воздействия длительностью $\tau \approx 100$ нс составляло $N = 15$ и 30, расстояние от анода ПФ до образца-мишени 7,5 см, плотность мощности излучения в каждом импульсе достигала $q \approx 10^7$ Вт/см², флюенс за один импульс составлял $\Phi > 10^{17}$ см⁻². При импульсном разряде образец подвергался воздействию высокотемпературной плазмы ($T_{pl} \approx 0,3 - 1,0$ кэВ) плотностью $n_{pl} \approx 10^{19}$ см⁻³, а также потоком ионов водорода с пиковой энергией $E_i \approx 0,1$ МэВ. Согласно оценкам [6], за один импульс поверхность образца нагрева-

лась до ~ 1000 – 1200 °С, что было ниже температуры плавления сплава (1260 – 1340 °С).

Облучение образцов электронами с энергией 20 МэВ проводили на циклическом ускорителе Микротрон-СТ при токе пучка 2,5 мкА. Флюенс облучения составлял ~ $6 \cdot 10^{16}$ см⁻², температура образцов при облучении не превышала ~ 50 °С.

Из облученных фольг вырубались дисковые микрообразцы диаметром 3 мм для механических испытаний методом вдавливания цилиндрического пуансона [7] диаметром 1 мм. Так как образцы для плазменного и электронного облучения вырезали из разных участков ленты прокатанной фольги, то и исходные образцы для сравнения вырубали из этих же участков, что позволяло в определенной степени нивелировать влияние неоднородности свойств сплава по длине прокатанной фольги. Всего было испытано 30 образцов — по 5 образцов для каждого состояния материала.

Образцы помещали в специально разработанную приставку (рис. 1а), которую устанавливали в испытательную машину Instron 3382. При сжатии со скоростью 0,2 мм/мин происходит нагружение пуансона и его вдавливание в образец, при этом измерительная система испытательной машины фиксирует кривую деформации дискового микрообразца (рис. 1б), качественно подобную кривой деформации стандартных образцов при растяжении. Однако получаемая при таких испытаниях кривая нагружения (“деформации”) отражает не только упругую и пластическую деформацию материала, но и деформацию образца как мембраны. Разделение “материального” и “инженерного” вкладов в прогиб дискового образца при вдавливании пуансона представляет собой достаточно сложную задачу, тем более что в процессе нагружения происходит непрерывное изменение приложенного к разным областям образца напряжения.

Однако эти трудности можно обойти, если рассматривать методику вдавливания пуансона в дисковый образец не как способ определения истинных значений стандартных характеристик (предела текучести σ_y , предела прочности σ_B , уд-

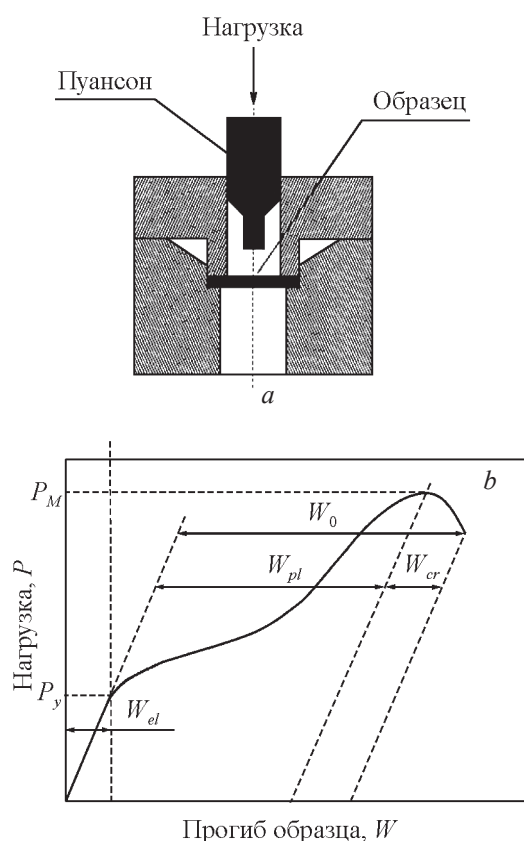


Рис. 1. Схема механических испытаний дисковых микрообразцов методом вдавливания цилиндрического пуансона (а) и кривая деформации дискового микрообразца при вдавливании цилиндрического пуансона (b). Параметры, характеризующие механические свойства материала образца: P_M — максимальная нагрузка до разрушения (“аналог” предела прочности σ_B); P_y — нагрузка начала пластической деформации (“аналог” предела текучести σ_y); W_0 — общий прогиб (“деформация”) образца до разрушения; W_{pl} — прогиб образца за счет пластической деформации материала; W_{el} — прогиб образца за счет упругой деформации материала; W_{cr} — деформация за счет зарождения и распространения трещины.

Fig. 1. Scheme of mechanical tests of disk microsamples by indentation of a cylindrical punch (a) and deformation curve of a disk microsample when indenting a cylindrical punch (b). Parameters characterizing the mechanical properties of the sample material: P_M is maximum load before fracture (“analogue” of ultimate strength σ_B); P_y is the load of the beginning of plastic deformation (“analogue” of the yield point σ_y); W_0 is the total deflection (“deformation”) of the sample before failure; W_{pl} is the sample deflection due to plastic deformation of the material; W_{el} is the sample deflection due to elastic deformation of the material; W_{cr} — deformation due to crack initiation and propagation.

линения до разрушения δ), а как возможность быстрой оценки изменения механических свойств материала после внешнего воздействия (например, легирования, термообработки, облучения и т.п.) по изменению некоторых параметров, коррелирующих со стандартными характеристиками. Так, параметры P_y и P_M , определяемые как нагрузка перехода от упругой деформации к пластической (P_y) и максимальная нагрузка до разрушения (P_M), качественно коррелируют с пределом текучести σ_y и пределом прочности σ_B . Определяемые по этим кривым (рис. 1b) значения W_0 , W_{pl} и W_{el} соответствуют общей деформации образца до разрушения и характеризуют вклад пластической и упругой деформации в общую деформацию. Специфический характер разрушения дискового микрообразца при вдавливании пуансона, связанный с образованием и распространением трещины в области контакта пуансона с образцом, позволяет по величине W_{cr} оценить трещиностойкость материала. И, наконец, площадь под кривой нагружения характеризует энергию разрушения материала, то есть является некоторым аналогом величины ударной вязкости.

При таком подходе степень влияния внешних факторов можно оценить качественно или даже полуколичественно по изменению вида кривых нагружения дисковых микрообразцов, а также значений максимальной нагрузки и максимального прогиба образца до разрушения. Таким образом можно быстро оценить чувствительность материала к радиационному упрочнению/разупрочнению и охрупчиванию, что может быть важным, например, при выборе кандидатных материалов для работы в радиационных условиях. Такой подход представляется перспективным для решения многих задач радиационного материаловедения, так как позволяет в лабораторных условиях воспроизвести полный цикл исследования радиационной стойкости металлических материалов, начиная от его выплавки, получения фольги, термообработки, и заканчивая облучением и проведением механических испытаний или структурных исследований на дисковых образцах, вырубленных из соседних участков фольги.

В результате многочисленных экспериментов было установлено, что вид кривых нагружения дисковых микрообразцов весьма чувствителен к структурно-фазовому состоянию материала [7], что делает этот метод удобным для проведения сравнительных испытаний и качественной оценки изменения механические свойства материала в результате обработки (в данном случае — облучения).

Результаты и обсуждение

На рис. 2а представлены кривые нагружения дисковых микрообразцов сплава Инконель 718 в исходном состоянии и после облучения 15 и 30 ионно-плазменными импульсами. Для наглядности кривые для исходных и облученных образцов смещены относительно друг друга на 0,2 мм. Как видно, если не считать двух облученных образцов с более высокими значениями P_M (аналога предела прочности), в пределах экспериментального разброса облучение ионно-плазменными пучками не приводит к изменению механических свойств сплава — прочностные характеристики материала и его пластичность (прогиб до достижения максимальной нагрузки) остаются практически на неизменном уровне. Насколько значимыми являются “выбросы” двух образцов, облученных 15 и 30 импульсами, можно будет определить после набора дополнительной статистики, то есть испытания большего количества образцов. В то же время, можно предположить, что в силу естественной флуктуации энергетических параметров плазменных импульсов в этих образцах, возможно, происходило оплавление отдельных локальных участков поверхностного слоя и их последующая кристаллизация (закалка), что привело к повышению прочностных характеристик.

На рис. 2б приведены аналогичные кривые для образцов, облученных электронами с энергией 20 МэВ на ускорителе Микротрон-СТ. Флюенс электронов ($\sim 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) соответствует радиационным условиям, в которых работают космические

аппараты на околоземных орбитах. Из представленных данных следует, что высокоэнергетическое электронное облучение также не приводит к заметному изменению механических свойств сплава, и нет никаких оснований предполагать, что данный конструкционный материал проявляет склонность к наиболее опасному эффекту радиационной повреждаемости — охрупчиванию.

Анализ полученных кривых нагружения показывает также, что сплав Инконель 718 проявляет необычную стойкость к развитию трещины уже после начала разрушения образца. Об этом свидетельствует большая продолжительность и ступенчатый характер стадии снижения нагрузки после достижения максимального значения. Такое поведение характерно для сплава как в исходном состоянии, так и после пучково-плазменного или электронного облучения. Это можно рассматривать как косвенное свидетельство вязкого характера разрушения материала в условиях сложнапряженного нагружения.

Таким образом, общий вывод из результатов наших исследований заключается в том, что импульсное ионно-плазменное облучение максимальным флюенсом $\sim 3 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ и облучение электронами с энергией 20 МэВ флюенсом $6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ практически не влияют на механические свойства сплава Инконель 718. При этом следует иметь в виду, что 20 МэВ электроны создают радиационные повреждения во всем объеме облученных образцов, тогда как ионно-плазменная обработка затрагивает лишь очень тонкий (50 – 100 нм) поверхностный слой образца, в котором происходит некоторое

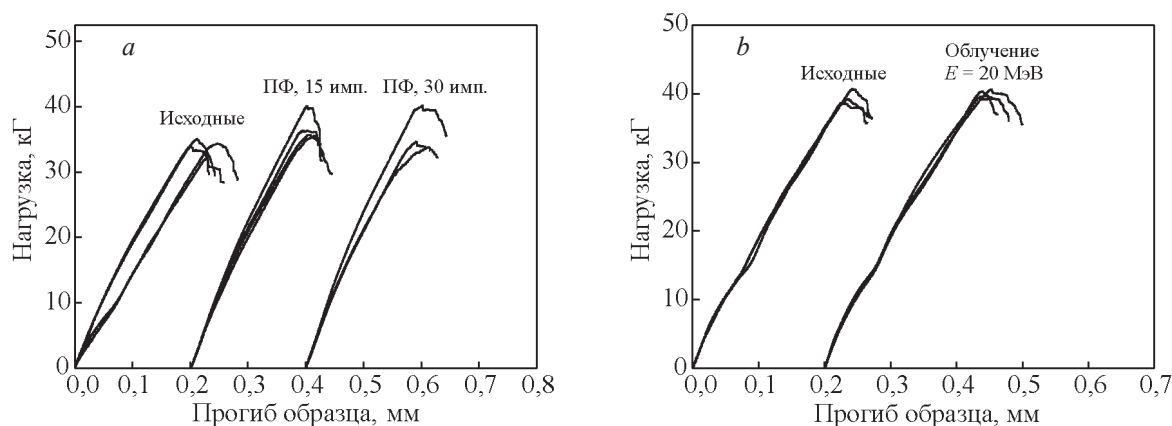


Рис. 2. Кривые нагружения дисковых микрообразцов сплава Инконель 718: а — в исходном состоянии и после плазменного облучения ($N = 15$ и 30 импульсов) на установке ПФ “Вихрь”; б — в исходном состоянии и после электронного облучения ($E = 20$ МэВ) флюенсом $\sim 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$.

Fig. 2. Loading curves of disk microsamples of the Inconel 718 alloy: а — in the initial state and after plasma irradiation ($N = 15$ and 30 pulses) in the PF “Vikhr” setup, б — in the initial state and after electron irradiation ($E = 20$ MeV) with fluence of $\sim 6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$.

перераспределение легирующих элементов, увеличение размеров микропор и формирование выделений сложных карбидов и интерметаллидов [6]. Отсутствие влияния электронного облучения на механические свойства сплава Инконель 718 представляется вполне обоснованным, учитывая малую дозу облучения. Но при ионно-плазменном воздействии флюэс облучения более чем на два порядка выше, однако изменений механических свойств сплава также не наблюдается.

Наиболее вероятной причиной отсутствия радиационного эффекта при ионно-плазменной обработке поверхности представляется, во-первых, очень малая толщина модифицированного слоя (~ 100 нм) по сравнению с толщиной облучаемой фольги (230000 нм), так что радиационно-индуцированные изменения свойств в таком тонком слое не могут повлиять на объемные характеристики всего образца. Во-вторых, заметное изменение свойств тонкого поверхностного слоя возможно при обработке, приводящей к его оплавлению по всей площади облучения [8], что, как отмечалось выше, в нашем случае не происходило.

Сложный фазовый состав сплава Инконель 718, свойства которого во многом определяются присутствием упрочняющих дисперсных выделений интерметаллидных γ' - и γ -фаз, а также возможностью растворения когерентных выделений метастабильной γ'' -фазы с объемно-центрированной тетрагональной структурой и образования некогерентных выделений более стабильной орторомбической δ -фазы того же состава Ni_3Nb , делает возможным реализацию различных механизмов радиационно-индуцированных структурно-фазовых превращений, влияющих на морфологию и количество различных фазовых составляющих. В результате механические свойства сплава могут заметно изменяться. Так, например, в работе [9] было показано, что с увеличением дозы нейтронного облучения до 1,2 смещений на атом (сна) наблюдается заметное упрочнение сплава Инконель 718 со структурой ГЦК твердого раствора (после растворяющего отжига, solution-annealed (SA)), в которой отсутствуют выделения упрочняющих фаз. В то же время в том же, но гораздо более прочном дисперсно-упрочненном (precipitation-hardened (PH)) сплаве облучение дозой до 1,2 сна приводит к некоторому разупрочнению и заметному снижению пластичности сплава. Все эти эффекты связывают с радиационно-стимулированными процессами растворения и перераспределения упрочняющих интерметаллидных фаз. Аналогичный эффект влияния ионного облучения на механические свойства

наблюдали в работе [10] при наноиндентировании сплава Инконель 718: облучение ионами Fe (3,5 МэВ, до 10 сна, 200 °С) приводит к упрочнению SA сплава и разупрочнению PH сплава вследствие растворения γ' - и γ'' -выделений.

Учитывая, что происходящие в сплавах типа Инконель процессы перестройки и растворения фазовых выделений являются диффузионно-контролируемыми, очевидно, что для их стимулирования требуются более высокие дозы электронного облучения, чем были достигнуты в наших экспериментах.

Выводы

Эксперименты по ионно-плазменному и электронному облучению дисперсионно-твердеющего сплава Инконель 718 показали отсутствие заметного эффекта влияния облучения на механические свойства сплава.

В случае ионно-плазменного облучения это объясняется очень малой (по сравнению с толщиной всего образца) толщиной модифицированного поверхностного слоя (0,23 мм и 100 нм соответственно), изменения структуры и свойств которого не могут повлиять на характеристики, определяемые объемными свойствами всего материала.

Отсутствие влияния электронного облучения на механические свойства сплава Инконель 718 объясняется малой дозой облучения, недостаточной для стимулирования диффузионно-контролируемых структурно-фазовых процессов перераспределения и растворения выделений упрочняющих интерметаллидных фаз.

Анализ кривых деформации дисковых микрообразцов при вдавливании цилиндрического пуансона показывает, что сплав Инконель 718 обладает высоким сопротивлением к распространению трещин, образующихся при разрушении образца, и не склонен к охрупчиванию.

Работа выполнялась по госзаданию 075-00947-20-00.

Литература/References

1. He D.G., Lin Y.C., Jiang X.Y., Yin L.X., Wang L.H., Wu Q. Dissolution mechanisms and kinetics of δ phase in aged Ni-based superalloy in hot deformation process. Mater.Design, 2018, v. 156, pp. 262 – 271.
2. Zhang H., Li C., Guo Q., Ma Z., Huang Y., Li H., Liu Y. Hot tensile behavior of cold-rolled Inconel 718 alloy at 650 °C: The role of δ phase. Mater.Sci.Eng.A, 2018, v. 722, pp. 136 – 146.

3. Rafiei M., Mirzadeh H., Malekan M. Micro-mechanisms and precipitation kinetics of delta (δ) phase in Inconel 718 superalloy during aging. J.Alloys Comp., 2019, v. 795, pp. 207 – 212.
4. Kalinin G., Barabash V., Cardella A., Dietz J., Ioki K., Matera R., Santoro R.T., Tivey R. Assessment and selection of materials for ITER in-vessel components. J.Nucl.Mater., 2000, v.283-287, part 1, pp.10-19.
5. Maloy S.A., James M.R., Willcutt G, Sommer W.F., Sokolov M., Snead L.L., Hamilton M.L., Garner F. Thermochemical properties of 316L/304L stainless steels, Alloy 718 and Mod 9Cr-1Mo after irradiation in a spallation environment. J.Nucl.Mater., 2001, v. 296, iss. 1 – 3, pp. 119 – 128.
6. Боровицкая И.В., Грибков В.А., Григорович К.В. и др. Воздействие импульсных потоков ионов гелия и гелиевой плазмы на сплав Инконель 718. Металлы, 2018, № 5, с. 39 – 47.
7. Tsepelev A.B., Poymenov I.L. Application of miniaturized disk bend test technique for selection of optimum composition of candidate materials for fusion reactors. J.Nucl.Mater., 1992, v. 189, p. 222 – 225.
8. Yang Z., Tian Y.L., Yang C.J., Wang F.J., Liu X.P. Modification of wetting property of Inconel 718 surface by nanosecond laser texturing. Appl.Surf.Sci., 2017, v. 414, pp. 313 – 324.
9. Byun T.S., Farrell K. Tensile properties of Inconel 718 after low temperature neutron irradiation. J.Nucl.Mater., 2003, v. 318, pp. 292 – 299.
10. Hunn J.D., Lee E.H., Byun T.S., Mansur L.K. Ion-irradiation-induced hardening in Inconel 718. J.Nucl. Mater., 2001, v. 296, pp. 203 – 209.

Статья поступила в редакцию — 27.05.2020 г.

после доработки — 23.06.2020 г.

принята к публикации — 24.06.2020 г.

Цепелев Аркадий Борисович — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский проспект, д. 49), доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник; Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ” (115409 Москва, Каширское ш., 31), профессор, специалист в области радиационного и космического материаловедения. E-mail: tsepelev@mail.ru.

Демин Александр Сергеевич — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский проспект, д. 49), научный сотрудник, специалист в области радиационного материаловедения. E-mail: casha@bk.ru.

Морозов Евгений Вадимович — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский проспект, д. 49), научный сотрудник, специалист в области наноматериалов. E-mail: lieutenant@list.ru.

Товтин Василий Иванович — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (119334, Москва, Ленинский проспект, 49), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, специалист в области радиационного материаловедения. E-mail: tovtinv@list.ru.

Старостин Евгений Евгеньевич — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), (119334, Москва, Ленинский проспект, 49), старший научный сотрудник, специалист в области радиационного материаловедения. E-mail: starostin-evg@mail.ru.

Effect of pulsed ion-plasma impact and electron irradiation on mechanical properties of precipitation-hardened Inconel 718 alloy

A. B. Tsepelev, A. S. Demin, E. V. Morozov, E. E. Starostin, V. I. Tovtin

The effect of pulsed ion-plasma irradiation in the Plasma Focus installation and irradiation with 20 MeV electrons at the Microtron-ST accelerator on the mechanical properties of the precipitation-hardening Inconel 718 alloy obtained by the method of selective laser fusion has been studied. It was found that ion-plasma and electron irradiation does not affect the properties of the alloy, which is explained by the small thickness of the modified layer during PF irradiation and insufficiently high electron fluence for the manifestation of radiation-stimulated processes of redistribution and dissolution of dispersed precipitates of the strengthening phases. The results obtained indicate a high resistance to crack propagation and the absence of a tendency of the studied alloy to embrittlement.

Keywords: Inconel 718 precipitation-hardening alloy, coherent and incoherent phase precipitates, ion-plasma irradiation at the Plasma Focus setup, electron irradiation, mechanical properties, the method of pressing a punch into a disk microsample.

Tsepelev Arkady — Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Prospect, Moscow 119334, Russia), Dr Sci (Phys.-Math.), leading scientist; National Research Nuclear University "MEPhI" (31 Kashirskoe shosse, 115409 Moscow, Russia), professor; authority in the field of solid state physics and radiation material science. E-mail: tsepelev@mail.ru.

Demin Aleksandr — Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Prospect, Moscow 119334, Russia), research worker; authority in the field of radiation material science. E-mail: casha@bk.ru.

Morozov Evgenii — Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Prospect, Moscow 119334, Russia), research worker; authority in the field of nanomaterials. E-mail address: lieutenant@list.ru.

Tovtin Vasily — Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Prospect, Moscow 119334, Russia), PhD, senior researcher; specialist in the field of radiation material science. E-mail: tovtinv@list.ru.

Starostin Evgeniy — Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Prospect, Moscow 119334, Russia), senior researcher; specialist in the field of radiation material science. E-mail: starostin_evg@mail.ru.