

## **Модифицирование поверхностных слоев стальных труб импульсными потоками ионов и высокотемпературной плазмы**

**Е. В. Демина, Л. И. Иванов, С. А. Масляев, В. Н. Пименов,  
И. П. Сасиновская, В. А. Грибков, А. В. Дубровский**

Представлены результаты модифицирования поверхностных слоев материала протяженной шестигранной трубы, изготовленной из хромомарганцевой аустенитной стали типа 10Х12Г20В, импульсными потоками ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, генерируемыми в установке Плазменный фокус РF-1000 в нано- и микросекундном диапазонах длительности импульса. Результаты исследования повреждаемости сплава, изменения его структурно-фазовых характеристик и распределения компонентов в поверхностном слое, полученные для реализованного режима облучения, сопоставлены с соответствующими результатами для шестигранной трубы, изготовленной из стали типа 25Х12Г20В и обработанной в тех же условиях. Рассмотрена возможность ионно-плазменного поверхностного легирования материала без предварительного нанесения легирующего покрытия на облучаемую поверхность. Подтверждена перспективность использования рассматриваемых энергетических воздействий для модифицирования поверхностных слоев и изменения их свойств в труднодоступных участках обрабатываемых изделий, таких, например, как внутренние полости протяженных труб.

### **Введение**

В работах [1 – 5] было показано, что воздействие потоков ионов и высокотемпературной импульсной плазмы (ВТИП) на материал или изделие позволяет модифицировать облучаемый поверхностный слой (ПС). При этом обрабатываемая поверхность материала мишени обычно обращена к падающему потоку энергии, а в изделии она, как правило, является его наружной поверхностью. Модифицирование ПС позволяет изменять его состав, структуру и свойства и при оптимальном выборе режима облучения способствует улучшению механических и коррозионных свойств, а также повышению радиационной стойкости облучаемого объекта [2 – 4]. В работе [5] было впервые показано, что, используя установку Плазменный фокус (ПФ), можно модифицировать не только наружный ПС обрабатываемого изделия, но и его труднодоступные участки. В частности, на примере шестигранной полой трубы, изготовленной

из малоактивируемой аустенитной стали, наглядно продемонстрирована возможность создания упрочненного модифицированного ПС не только вдоль наружной поверхности, но и во внутренней, достаточно протяженной полости трубы.

Учитывая большой научный и практический интерес к рассматриваемому вопросу, мы продолжили исследования, начатые в работе [5], и в настоящей работе использовали для обработки в ПФ стальную шестигранную трубу иного состава, не меняя режима облучения. Целью такой постановки работы было сопоставление результатов воздействия потоков ионов и ВТИП на внутреннюю и внешнюю поверхности трубы с данными работы [5]. Указанное сопоставление позволило выявить особенности влияния исходного состава материала трубы на характеристики модифицированных наружного и внутреннего ПС, что особенно важно для перспективы использования развивающегося подхода в прикладном материаловедении.

## Эксперимент

### Материал

Исследуемая труба имела форму шестигранной призмы и была изготовлена методом прокатки из предварительно выплавленной нержавеющей малоактивируемой стали марки 10Х12Г20В. Размеры трубы были такими же, как и в работе [5]: длина  $L = 30$  см, ширина каждой грани  $a = 2,2$  см, толщина стенки  $h = 0,1$  см. После прокатки труба была отожжена при  $1150^{\circ}\text{C}$  в течение 10 мин. Элементный состав стали представлен в таблице.

Таблица

Химический состав трубы из стали 10Х12Г20В

Элементы, масс. %									
C	Cr	Mn	Si	W	V	Sc	P	S	
0,09	13,0	20	0,12	1,0	0,10	—	0,05	0,008	

### Условия облучения

Облучаемая труба в экспериментах была расположена вдоль оси рабочей камеры установки PF-1000 [5], созданной в Институте физики плазмы и лазерного микросинтеза (Польша, Варшава). При этом плазма распространялась как вдоль наружной поверхности трубы, так и внутри ее полости. На заднем срезе трубы, наиболее удаленном от анода, была закреплена медная пластина, размеры которой составляли:  $10 \times 2 \times 0,15$  см<sup>3</sup> (рис. 1). Эта пластина частично играла роль “заглушки”, препятствуя свободному выходу ионного и плазменного потоков из внутренней полости трубы (аналог медной дуги в работе [5]). Предполагалось также, что потоки ионов и дейтериевой плазмы (ДП), воздействуя на указанную пластину, будут распылять и испарять атомы Си. Последние будут осаждаться на облучаемые

наружные и внутренние плоскости шестигранной трубы преимущественно в зоне ее холодного (наиболее удаленного от анода) торца. Таким образом, моделировалась ситуация, ранее наблюдавшаяся в работе [5]: на обрабатываемые плоскости трубы в “горячей” зоне осаждались атомы меди с поверхности медного анода, а в зоне “холодного” торца — с поверхности медной пластины. В качестве рабочего газа использовался чистый дейтерий при начальном давлении 470 Па. Длительность движения импульса ДП через плоскость переднего среза трубы  $\tau \geq 1$  мкс, плотность мощности потока ДП в этой плоскости  $q \approx 10^9$  Вт/см<sup>2</sup>. Общее число разрядных импульсов составило  $N = 4$ .

## Методы исследования

Для анализа облученных участков трубы из трех зон — горячей, центральной и холодной — вырезали образцы размером  $1 \times 1 \times 0,15$  см<sup>3</sup>. Каждый из образцов содержал облученные участки наружной и внутренней поверхностей, которые были исследованы методами оптической микроскопии, измерения микротвердости и рентгенофазового анализа. Определение элементного состава в ПС проводили с использованием атомно-эмиссионного спектрометра тлеющего разряда SA-2000 фирмы “LECO”.

## Результаты экспериментов и обсуждение

### Топология облученной поверхности

Анализ облученной трубы показал, что воздействие потоков ДП генерировало процессы распыления, плавления и испарения материала как на внутренней, так и на внешней поверхностях. Во внутренней полости трубы указанные процессы протекали несколько более интенсивно, чем на внешней поверхности. На это указывает более глубокий поверхностный рельеф, наблюдаемый на внутреннем ПС (рис. 2).

По мере движения плазмы вдоль трубы ее воздействие на материал ослабевало, и плавление ПС уменьшалось. Более существенно этот эффект проявился на внешней поверхности трубы из-за рассеяния ДП по объему камеры по мере удаления движущейся плазмы от источника излучений (ИИ). На рис. 2 видно, что топология расплавленного ПС имеет волнобразный рельеф как для наружной, так и для внутренней поверхностей трубы. Наиболее характерные структурные дефекты на облученных поверхностях — фрагменты типа капель, наплыпов и гребней. Размеры этих фрагментов для внутренней

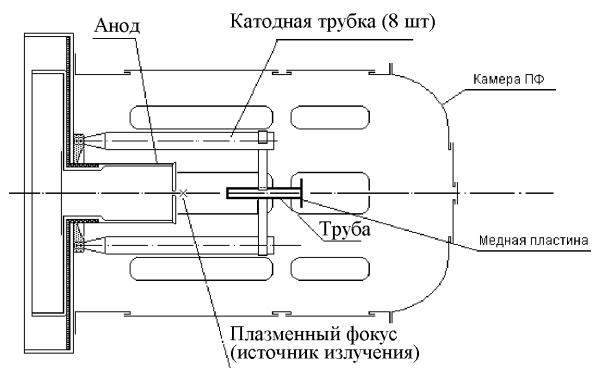


Рис. 1. Схема расположения стальной трубы в камере установки PF-1000.

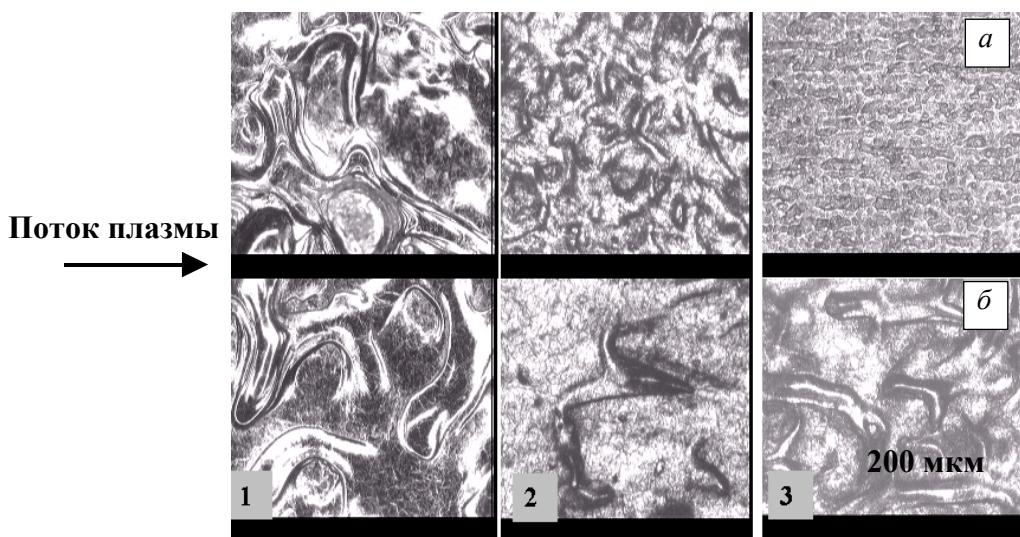


Рис. 2. Участки наружной (а) и внутренней (б) поверхностей облученной трубы: 1 — “горячая” зона, 2 — центральная часть, 3 — “холодная” зона.

полости трубы несколько превышают соответствующие размеры для наружной поверхности. С увеличением расстояния от ИИ характерные размеры указанных фрагментов уменьшаются от величины порядка сотен микрометров в “горячей” зоне трубы до значений порядка десятка и единицы мкм в “холодной” зоне. Другими словами, с увеличением расстояния от анода ПФ топографическая структура облученной поверхности становится более мелкомасштабной.

Аналогичные закономерности наблюдали и при облучении шестигранной трубы состава 25Х12Г20В [5]. Однако следует заметить, что при реализованной аксиальной геометрии эксперимента характерные размеры структурных фрагментов поверхности рельефа превышают соответствующие размеры структурных элементов облученной поверхности при ее расположении нормально к падающему потоку энергии. В последнем случае возможно получение

рассматриваемых структур в более мелкомасштабном виде — субмикронного и наноразмерного масштаба [6]. Кроме того, характер повреждаемости поверхности стальных труб, размещенных в процессе экспериментов вдоль оси рабочей камеры ПФ, заметно отличается от повреждаемости образцов тех же марок сталей, расположенных нормально к падающему потоку энергии. Облученные поверхности труб практически не содержат таких дефектов, как кратеры и пузыри, которые имели место, когда плоскость облучения образцов этих сталей была перпендикулярна потоку ионов и ВТИП (рис. 3). Очевидно, что наблюдаемое уменьшение повреждаемости материала стальных труб связано со снижением интенсивности воздействия плазмы, быстрых ионов и ударной волны на облучаемую поверхность при аксиальной геометрии эксперимента.

Однако следует отметить, что на внутренней поверхности облученной трубы имеется колыцевая зона шириной примерно 6 см, отстоящая от “горячего” среза трубы на расстоянии ~ 20 см, для которой наблюдается самая высокая степень повреждаемости ПС по сравнению с другими участками. Поскольку аналогичный факт имел место и в экспериментах с трубой состава 25Х12Г20В, он заслуживает специального исследования, результаты которого будут опубликованы позднее.

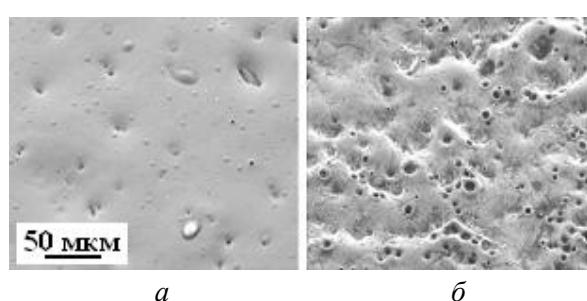


Рис. 3. Сканирование в электронах участков поверхности образцов аустенитных сталей, облученных водородной плазмой: а — 10Х12Г20В, б — 25Х12Г20В [7].

#### *Микроструктура и микротвердость*

Характер микроструктуры поперечных слоев облученной трубы представлен на рис. 4. Для срав-

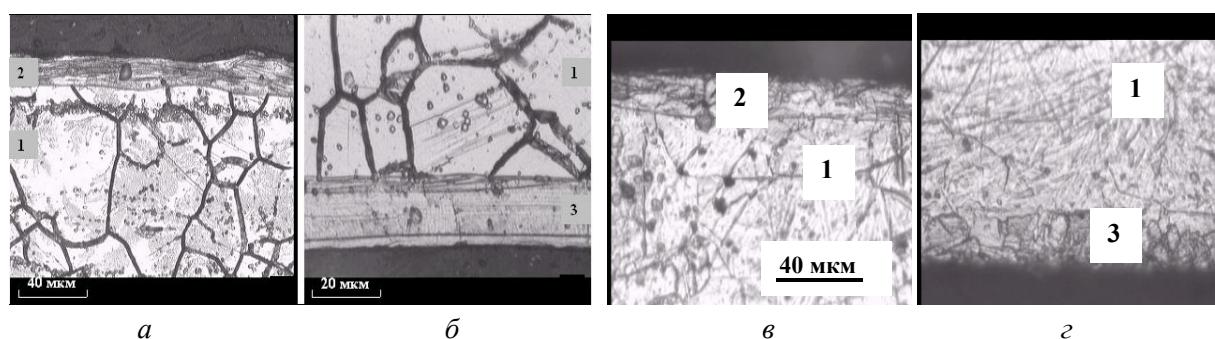


Рис. 4. Микрофотографии поперечных шлифов в центральной части облученных стальных труб: 1 — исходная микроструктура, 2 — переплавленный наружный ПС, 3 — переплавленный внутренний ПС; а, б — 25Х12Г20В, в, г — 10Х12Г20В.

нения на этом рисунке приведена также микроструктура соответствующих слоев для трубы 25Х12Г20В [5]. Из рис. 4 видно, что после воздействия импульсных энергетических потоков микроструктура внутреннего и наружного ПС облученных труб изменилась. В сплаве состава 25Х12Г20В вместо достаточно крупных, примерно равноосных зерен в исходном состоянии (размером  $\sim$  десятки микрометров)

образовалась мелкодисперсная структура. В исследуемом же сплаве состава 10Х12Г20В после облучения также наблюдается изменение морфологии зерен по сравнению с исходным состоянием, но несколько иного характера: зерна имеют преимущественно протяженную форму и вытянуты в направлении градиента температур. Различный характер микроструктуры сопоставляемых ПС указывает на различные условия их формирования в процессе закалки расплавов с высокой скоростью ( $\sim 10^6 - 10^7$  К/с) после облучения.

На рис. 5 представлены результаты измерения микротвердости  $H$  для исследуемой трубы, а также трубы состава 25Х12Г20В. Из рисунка видно, что в обоих случаях микротвердость заметно возрастает в зоне наружного и внутреннего ПС по сравнению с объемными значениями. Значения  $H$  для сплава 10Х12Г20В несколько выше, чем для сплава 25Х12Г20В. Это различие указывает на то, что степень упрочнения ПС зависит не только от условий облучения материала, но и от его состава и исходного состояния.

В целом, упрочнение ПС может быть связано с формированием специфической неравновесной микроструктуры стали в условиях сверхбыстрой закалки жидкой фазы, изменениями структурно-фазового состояния ПС, а также с влиянием возникающих термомеханических напряжений [1, 3, 5].

#### *Структурно-фазовое состояние*

На рис. 6 представлены рентгеновские дифрактограммы облученных ПС исследуемой трубы в сравнении с исходным состоянием. Видно, что если до облучения на дифрактограмме присутствуют только линии, соответствующие  $\gamma$ -фазе (аустениту), то после облучения эти линии стали существенно более слабыми, но появились линии, соотв-

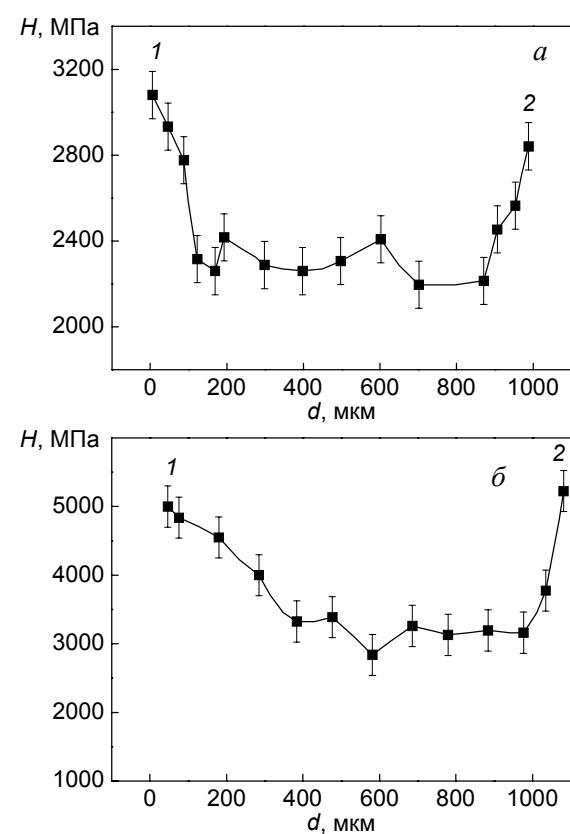


Рис. 5. Изменение микротвердости в образцах облученных труб в зоне между наружным (1) и внутренним (2) поверхностными слоями: а — труба 25Х12Г20В, б — труба 10Х12Г20В (“горячие” торцы труб).

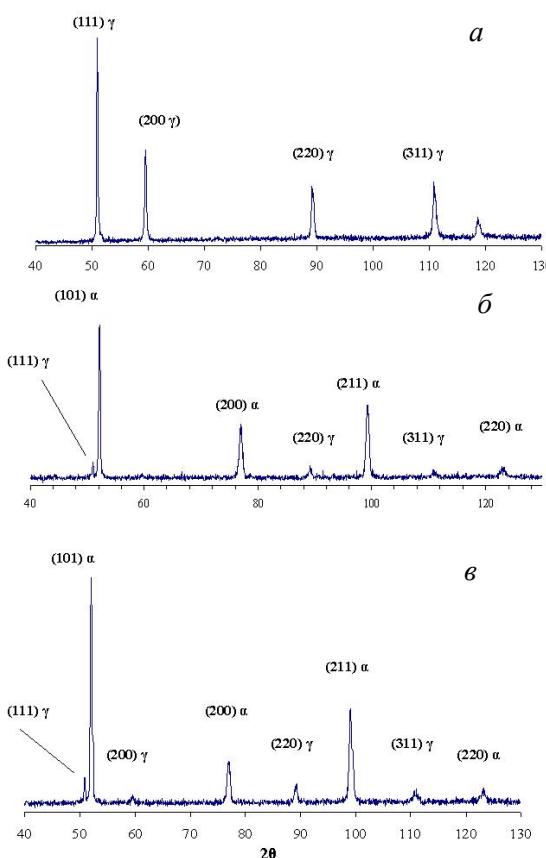


Рис. 6 Дифракционные линии для трубы 10Х12Г20В: *а* – исходное состояние, *б* – облученная наружная поверхность, *в* – облученная внутренняя поверхность (“горячий” торец трубы).

ствующие  $\alpha$ -фазе. Этот факт свидетельствует о наличии  $\gamma \rightarrow \alpha$  фазового превращения, стимулированного воздействием импульсных потоков энергии на материал. Ранее подобный эффект мы наблюдали для аустенитной хромомарганцевой стали при нормальном расположении образцов относительно потока ионов и ВТИП [7, 8], а также для трубы состава 25Х12Г20В при аксиальной геометрии эксперимента [5]. Однако, если в работе [5] содержание  $\alpha$ -фазы в наружном ПС составляло после облучения единицы объемных процентов, а во внутреннем ПС достигало  $\sim 10$  об. %, то в рассматриваемом случае объемное содержание  $\alpha$ -фазы во внутреннем ПС составляло  $\sim 80$  об. % вдоль всей трубы состава 10Х12Г20В. В наружном ПС содержание  $\alpha$ -фазы изменялось с увеличением расстояния от ИИ, располагавшимся перед анодом установки (рис. 1): в “горячем” торце трубы оно составляло около 80 об. %, в центральной части  $\sim 50 - 60$  об. %, а в наиболее удаленной “холодной”

части трубы снижалось до нескольких процентов. Это снижение содержания  $\alpha$ -фазы в наружном ПС сплава по мере удаления зоны облучения от ИИ связано с ослаблением интенсивности воздействия потоков энергии на материал из-за рассеяния плазмы в объеме рабочей камеры ПФ. Во внутренней же полости трубы такого рассеяния не происходило и фазовый состав ПС был значительно более однородным.

Учитывая высокую скорость затвердевания жидкофазного ПС после облучения, можно полагать, что наблюдаемое  $\gamma \rightarrow \alpha$  фазовое превращение происходило по бездиффузионному механизму с образованием мартенситной структуры. Высокое же содержание  $\alpha$ -фазы в затвердевшем ПС сплава позволяет считать, что образование мартенсита было доминирующим фактором упрочнения ПС (рис. 5б) как во внутренней полости трубы, так и в “горячей” зоне ее наружной поверхности. Как известно [9, 10], мартенсит обладает не только собственной высокой твердостью, но и большим удельным объемом по сравнению с аустенитом. По этой причине при закалке расплавленного ПС в его объеме возникали большие внутренние напряжения, которые вызывали деформацию кристаллической решетки и способствовали деформационному упрочнению материала.

#### Распределение элементов в облученном поверхностном слое

Концентрационные кривые  $C(x)$  распределения элементов по глубине ПС, полученные в исходном состоянии и вблизи наружной и внутренней поверхностей центральной зоны облученной трубы, представлены на рис. 7. Подобный характер кривых  $C(x)$  имел место для “горячего” и “холодного” участков исследуемой трубы. Из рисунка видно, что в исходном состоянии наблюдается перераспределение компонентов вблизи поверхности (рис. 7б) по сравнению с их равномерным распределением в объеме (рис. 7а). Если в объеме содержание Fe, Cr и Mn соответствует первоначальному составу стали (таблица), то у поверхности на глубине до  $d \approx 0,6$  мкм наблюдается увеличение содержания хрома  $C(\text{Cr})$  и снижение концентрации марганца  $C(\text{Mn})$ . В очень тонком ПС (толщиной до  $d \approx 30$  нм) резко возрастает содержание углерода (до 37 масс.%) и хрома (до 25 масс.%) и падает концентрация Fe и Mn. Такое перераспределение компонентов может быть связано с их диффузионным переносом в поле градиента напряжений и температур на стадии горячей прокатки цилиндрической трубы для придания ей формы шестиугранной призмы. После воздействия на трубу потоков ДП картина распределения компо-

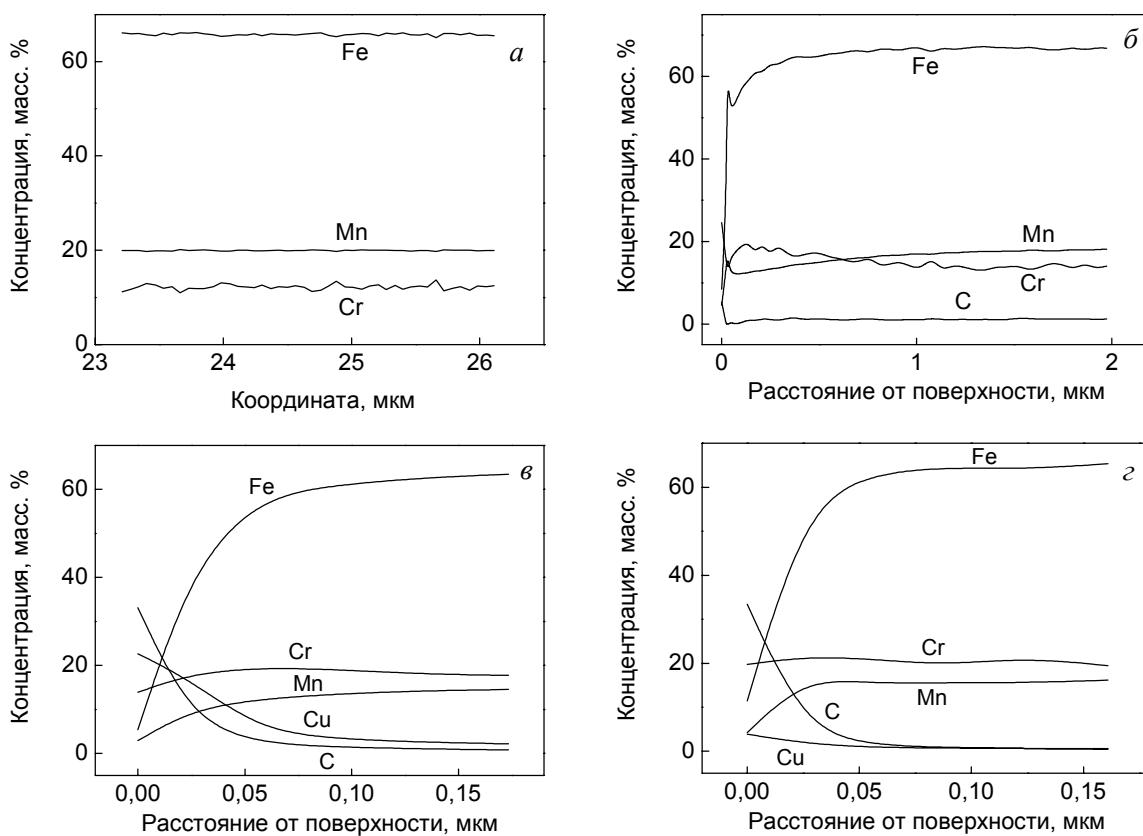


Рис. 7. Кривые распределения элементов по глубине поверхностного слоя трубы 10Х12Г20В в исходном состоянии (*а* — в объеме, *б* — вблизи поверхности) и после облучения наружной (*в*) и внутренней (*г*) поверхностей (атомно-эмиссионная спектроскопия).

нентов в зоне ПС изменилась: концентрация Fe и Mn вблизи облученной поверхности по-прежнему уменьшается, содержание Cr снижается до 15–20%, а концентрация углерода, как и до облучения, заметно возрастает (рис. 7*в*, *г*). Существенно, что в ПС присутствует медь, которая отсутствовала в исходном сплаве, и ее содержание заметно возрастает по мере приближения из глубины ПС к поверхности. Такой характер распределения элементов имел место, как для наружного, так и внутреннего ПС облученной трубы, хотя в первом случае содержание меди C(Cu), как правило, выше, чем во втором (рис. 7*в*, *г*).

Высокое содержание Cu связано с наличием этого элемента в составе функциональных материалов рабочей камеры ПФ. В процессе воздействия на эти материалы импульсных потоков энергии медь испарялась и осаждалась на поверхность облучаемой трубы. Так, как уже отмечалось, анод установки, сделанный из высокочистой меди, интенсивно испарялся под действием потоков высокoenергичных

электронов ( $E_e \approx 100$  кэВ). Медная пластина, закрепленная на “холодном” торце трубы (рис. 1), испарялась потоками ионов и ДП, осаждаясь как на внутреннюю полость трубы, так и на ее наружную поверхность преимущественно в этой температурной зоне. Характерно, что содержание элементов в ПС в зоне внутренней поверхности трубы практически не изменяется вдоль всей ее длины  $L$ . Состав же наружной поверхности был более неоднородным по длине трубы за счет снижения интенсивности воздействия плазмы и быстрых ионов на материал с увеличением расстояния от анода. Аналогичная ситуация имела место при облучении стальной трубы состава 25Х12Г20В [5].

В целом, продемонстрированная возможность обогащения ПС трубы элементом, не входящим в исходный состав облучаемой стали, в совокупности с ранее полученными данными [2, 5, 6, 11], показывает, что использованный метод обработки материалов и изделий потоками ВТИП позволяет осуществлять их

поверхностное легирование без предварительного нанесения легирующего покрытия на облучаемую поверхность.

В процессе многократного оплавления ПС осажденные на облучаемую поверхность элементы перемешиваются с жидкой фазой и, проникая вглубь материала, при затвердевании расплава становятся легирующими компонентами ПС.

Таким образом, используя обработку материалов потоками ВТИП, можно осуществлять поверхностное легирование облученных образцов, осаждая на их поверхность элементы различных материалов, размещенных в камере ПФ, и обеспечивая их проникновение в расплавленный поверхностный слой за счет многократного интенсивного термического воздействия. Существенно, что процесс “ионно-плазменного легирования” материала с использованием установки ПФ можно реализовать для труднодоступных участков обрабатываемых изделий, в том числе для внутренних полостей протяженных труб.

### **Заключение**

Установлено, что воздействие на материал импульсных потоков ионов и высокотемпературной плазмы, генерируемых в установке Плазменный фокус, оказывается эффективным для модификации поверхностных слоев и изменения их свойств в труднодоступных участках обрабатываемых изделий, таких, например, как внутренние полости протяженных стальных труб. Происходящие при этом изменения структурно-фазового состояния сплава и топологии облученной поверхности в сочетании с возможностью ионно-плазменного легирования поверхностных слоев открывают новые перспективы для улучшения механических и физико-химических свойств материала.

Полученные результаты могут найти применение в сфере радиационного материаловедения и, в частности, в вопросах поверхностного упрочнения, повышения коррозионной и радиационной стойкости материалов, обработанных концентрированными потоками энергииnano- и микросекундного диапазона длительности импульса. Представляется также перспективным использование рассматриваемых энергетических воздействий для создания новых видов импульсных технологий обработки материалов с применением установок ПФ.

*Настоящая работа поддержана Международным Агентством по Атомной Энергии (контракт с ИМЕТ РАН № 14540).*

### **Литература**

1. Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калин Б.А., Якушин В.Л. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. М.: Круглый год, 2001, 528 с.
2. Пименов В.Н., Грибков В.А., Иванов Л.И., Шольц М., Угасте Ю.Э., Демина Е.В., Масляев С.А., Дубровский А.В., Миклашевский Р., Колман Б., Коденцов А.А. О новых возможностях применения установок Плазменный фокус для модификации поверхностных слоев материалов. Перспективные материалы, 2003, № 1, с. 13 – 23.
3. Якушин В.Л. Модифицирование углеродистых и низколегированных сталей потоками высокотемпературной импульсной плазмы. Известия РАН: Металлы, 2005, № 2, с. 12 – 24.
4. Якушин В.Л., Калин Б.А., Джумаев П.С. и др. Повышение коррозионной стойкости стали ЭП-823 в жидким свинце путем ее обработки потоками высокотемпературной импульсной плазмы. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение, 2005, №3 (86) с. 128 – 133.
5. Пименов В.Н., Демина Е.В., Масляев С.А., Иванов Л.И., Грибков В.А., Дубровский А.В., Ковтун А.В., Угасте Ю.Э., Шольц М., Колман Б. Взаимодействие импульсных потоков ионов дейтерия и плотной плазмы с материалом трубы из малоактивируемой аустенитной стали в установке Плазменный фокус. Перспективные материалы, 2007, №2, с. 48 – 56.
6. Грибков В.А., Демина Е.В., Дубровский А.В., Иванов Л.И., Ковтун А.В., Лаас Т.И., Масляев С.А., Пименов В.Н., Тартари А., Угасте Ю.Э., Шольц М. Воздействие импульсных потоков плотной дейтериевой и водородной плазмы на ферритные и аустенитные стали в установке Плазменный фокус. Перспективные материалы, 2008, №1, с. 16 – 25.
7. Pimenov V.N., Dyomina E.V., Ivanov L.I., Maslyev S.A., Gribkov V.A., Miklaszewski R., Scholz M., Dubrovsky A.V., Volobuev I.V., Ugaste Yu.E., Mezzetti F., De Chiara P., Pizzo L., Kolman B., Szydlowski A.. Damage of Structural materials for fusion devices under pulsed ion and high temperature plasma beams. J. Nucl. Mater., 2002, v. 307/311; Part 1: p. 95 – 99.
8. Масляев С.А., Пименов В.Н., Платов Ю.М., Демина Е.В., Бецофен С.Я., Грибков В.А., Дубровский А.В. Воздействие импульсов дейтериевой плазмы на материалы термоядерных реакторов в установке Плазменный фокус. Перспективные материалы, 1998, № 3, с. 39 – 46.
9. Лившиц Б.Г. Металлография. М.: ГНТИ литературы по черной и цветной металлургии, 1963, 422 с.
10. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П.. Материаловедение, М.: Машиностроение, 1980, 493 с.
11. Pimenov V.N., Maslyev S.A., Ivanov L.I. et al. Surface and bulk processes in materials induced by pulsed ion and plasma beams at Dense Plasma Focus devices. Nukleonika, 2006, v. 51, no. 1, p. 71 – 78.

**Демина Елена Викторовна** — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник. Специалист в области радиационного и космического материаловедения.

**Иванов Лев Иванович** — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией. Специалист в области радиационного и космического материаловедения.

**Масляев Сергей Алексеевич** — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области радиационного и космического материаловедения.

**Пименов Валерий Николаевич** — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, главный научный сотрудник, доктор физико-математических наук. Специалист в области радиационного и космического материаловедения.

**Сасиновская Ирина Порфириевна** — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, научный сотрудник. Специалист в области исследования структурно-фазовых состояний методами металлографии.

**Грибков Владимир Алексеевич** — Московское Физическое Общество, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией. Специалист в области экспериментальной физики плотной плазмы.

**Дубровский Александр Владимирович** — Московское Физическое Общество, лаборатория плотной замагнченной плазмы, старший научный сотрудник, кандидат физико-математических наук. Специалист в области экспериментальной физики плазмы.