

ПРИМЕНЕНИЕ ЯДЕРНОГО ОБРАТНОГО РАССЕЙЯНИЯ ПРОТОНОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КАРБИДНЫХ ПОКРЫТИЙ

С.С. Зырянов, А.В. Кружалов, С.Г. Купцов, Ф.Г. Нешов, О.В. Рябухин
ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина»,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, Россия, ryaboukhin@mail.ru

Метод ядерного обратного рассеяния протонов с энергией 6,6 МэВ использован для исследования упрочняющего покрытия на основе карбида вольфрама, нанесенного на стальную подложку. Примененный неразрушающий метод анализа показал свою высокую эффективность как при определении элементного состава покрытия с легким элементом, входящим в состав покрытия (углерод), так и при установлении распределения элементов по глубине. В работе использованы полученные авторами сечения рассеяния протонов на железе естественного изотопного состава.

Введение

Карбиды многих металлов обладают высокой твердостью, способностью противостоять абразивному износу, жаропрочностью, химической инертностью. Поэтому они нашли широкое применение в металлорежущих инструментах, буровом оборудовании, трубопроводном транспорте и т.д. Существует большое количество технологий получения твердых сплавов на основе карбидов, а также нанесения износостойких покрытий на их основе. Для решения задач диагностики и контроля данных технологий используются различные химические, спектральные, рентгенографические и ряд ядерно-физических методов анализа. Метод резерфордовского обратного рассеяния не может быть использован для карбидов тяжелых металлов (WC, TaC, ZrC, MoC) вследствие низкой чувствительности к легким элементам, обусловленной квадратичной зависимостью сечения рассеяния от атомного номера элемента.

С целью преодоления указанного недостатка используется упругое ядерное рассеяние. Сечения данных процессов рассеяния имеют немонотонный характер, зачастую с сильными резонансами, однако их численные значения для ядер углерода, азота и кислорода могут превышать резерфордовские на два порядка.

Для изучения процессов нанесения износостойкого покрытия из твердосплавного материала ВК8 на стали необходимо знание сечений упругого рассеяния протонов на вольфраме, углероде, железе и кобальте. При энергии 6.6 МэВ рассеяние на вольфраме является чисто резерфордовским; сечения упругого ЯОР протонов в данном энергетическом интервале на углероде известны с хорошей точностью и могут быть использованы в эксперименте. Что касается железа и кобальта, то нам известна лишь одна работа [1], в которой получены данные о сечениях ЯОР протонов в диапазоне 4.8-6.5 МэВ, однако с большим дискретным шагом по энергии.

В настоящей работе методом, аналогичным [2], получены и использованы для определения химического состава упрочняющего покрытия данные об энергетической зависимости сечений ЯОР протонов на железе и кобальте. Это позволило нам отработать режимы нанесения износостойких покрытий на основе ВК8 и определить наиболее оптимальные из них.

Методика эксперимента

Измерения спектров ЯОР проводились на циклотроне Р7-М Уральского федерального университета. Коллимированный пучок протонов с энергией 6.60 ± 0.06 МэВ падал нормально к поверхности мишени. Рассеянные протоны регистрировались полупроводниковым детектором, установленным на угле 160° . Обработка импульсов и мониторинг пучка проводилось стандартным спектрометрическим трактом, подробно описанным в [3] с суммарным энергетическим разрешением 25 кэВ. Математическая обработка энергетических спектров и определение химического состава проводилось с помощью программы SIMNRA [4].

Нанесение покрытий осуществлялось на установке электроискрового легирования AL-JERG53RC в УрФУ. Материал для покрытия – стандартный сплав ВК8 – основа монокарбид вольфрама, с кобальтовой связкой (17.5 ат.% кобальта).

Определение сечений ЯОР

На рис. 1 приведены спектры ЯОР протонов, рассеянных от толстых мишеней чистого (99.9%) железа и кобальта. Функции сечения $\sigma(E, \theta)$ определялись нами из уравнения [5]:

$$Y(E) = N_0 \sigma(E, \theta) [\epsilon]^{-1} d\Omega,$$

где $Y(E)$ – амплитуда спектра; E – энергия частиц перед актом рассеяния; N_0 – число частиц, падающих на мишень; $\sigma(E, \theta)$ – эффективное дифференциальное сечение рассеяния; $[\epsilon]$ – множитель, учитывающий тормозную способность мишени; $d\Omega$ – телесный угол детектора.

Величину $N_0 d\Omega$ определяли из спектров рассеяния протонов от снятых в идентичных условиях вольфрамовой и углеродной мишени, значения $\sigma(E, \theta)$ для которых известны с достаточно высокой точностью. Наибольшее расхождение величины $N_0 d\Omega$ составило 5%. Измеренные энергетические зависимости инструментального сечения рассеяния протонов для железа и кобальта на угле $\theta=160^\circ$ приведены на рис. 1 и демонстрируют хорошее согласие с имеющимися литературными данными.

Анализ состава упрочняющих покрытий

Упрочняющие покрытия наносились на образцы стали Ст3 площадью 2 см^2 .

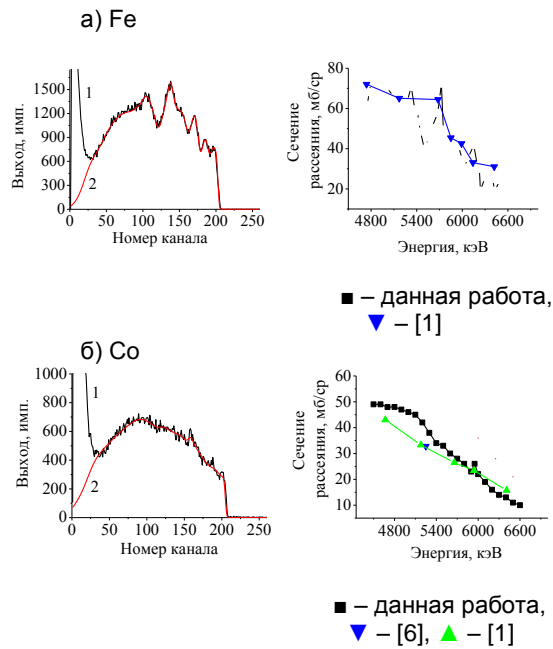


Рис. 1. Экспериментальный (1) и модельный (2) спектры ЯОР протонов. Зависимости сечения рассеяния от энергии протонов.

Использовались режимы работы установки электроискрового легирования с токами 4, 9, 15 и 20 А в разряде. Наиболее благоприятным с точки зрения однородности по площади и шероховатости поверхности оказался режим нанесения при токе 9 А. Для вариации толщины и качества покрытий нами использовались одно-, двух- и трехкратное нанесение. На рис. 2 приведен энергетический спектр ЯОР протонов от исходного образца ВК8 и парциальные вклады в рассеяние от входящих в него компонентов. Основной вклад в спектр ЯОР вносят протоны, рассеянные от вольфрама и углерода.

На рис. 3а представлены спектры ЯОР протонов от покрытий, нанесенных в один и три слоя. Хорошо видно, что в спектре для однослойного образца отчетливо проявляется резонансная структура, характерная для рассеяния протонов на атомах железа. В спектре также присутствует область, по кинематическому фактору соответствующая рассеянию протонов на атомах вольфрама. Для стали с тремя слоями покрытия форма спектра близка к форме спектра ЯОР от электрода. Анализ спектров показал, что при однократном нанесении толщина покрытия составляет порядка 20 мкм, а содержание железа в слое 82 ат.%. При трехкратном нанесении покрытия толщина достигает 50 мкм с содержанием железа около 60 ат.%. Атомная концентрация вольфрама в 2 раза превышает концентрацию углерода и составляет 26 ат.%, рис. 3 (б). Следует отметить, что при анализе спектров ЯОР нами не учитывалось содержание кобальта в упрочняющем покрытии, так как вклад данного элемента в спектр ЯОР от сплава ВК8 мал (рис. 2). Кроме того, измеренные нами спектры характеристического рентгеновского излучения при облучении протонами также показали отсутствие кобальта. Веро-

ятнее всего он испарился, поскольку в зоне искрового разряда температура достигает 8000°C.

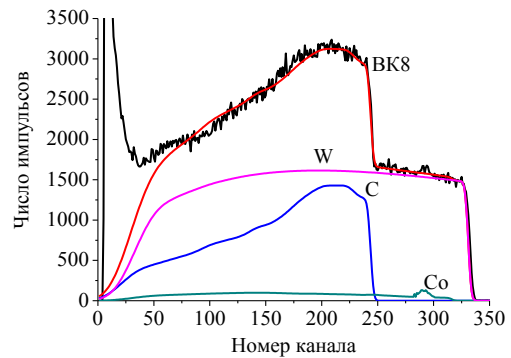


Рис. 2. Спектр ЯОР протонов от образца ВК8.

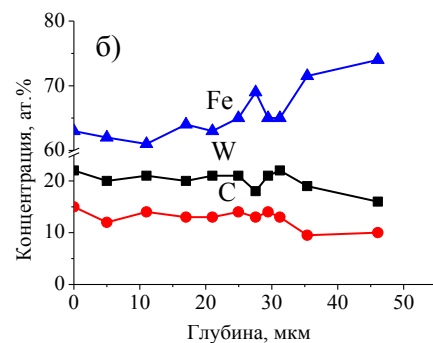
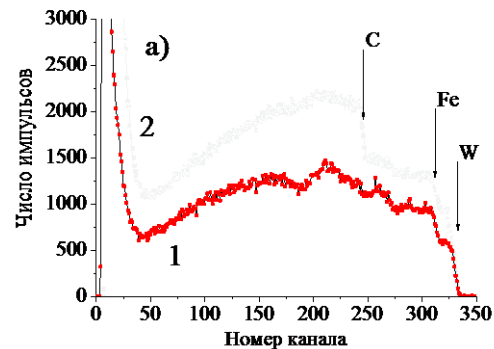


Рис. 3. а) Спектр ЯОР при однократном (1) и трехкратном (2) легировании. б) состав покрытия при трехкратном легировании.

Исходный и однократно легированный покрытием ВК8 образцы были подвергнуты испытаниям на газоабразивный износ. В качестве абразивного материала использовался песок с зернистостью до 125 мкм. Во время испытаний абразив в потоке воздуха направлялся на поверхность образца из сопла, расположенного на краю вращающегося с большой скоростью диска. Анализ проводился по изменению массы образца до и после обработки абразивом. За одно воздействие использовалось 250 г. (первые 3 испытания), либо 500 г. абразива (последующие испытания). Результаты испытаний приведены на рис. 4. При рассмотрении процессов, протекающих при износе, можно выделить две стадии. Первая – включающая четыре этапа обработки поверхности общей массой абразива 1.25 кг. На данных этапах заметен бо-

лее быстрый износ поверхностей, легированных сплавом ВК8. Исходный образец теряет меньшую массу за один этап обработки. Это связано с большей шероховатостью поверхности, подвергнутой обработке, по сравнению с необработанным образцом. Однако к четвертому этапу обработки масса, теряемая при износе, становится примерно одинаковой для всех ($6 \cdot 10^{-3}$ г), как для легированных, так и для исходной поверхностей, уменьшается шероховатость легированного образца.

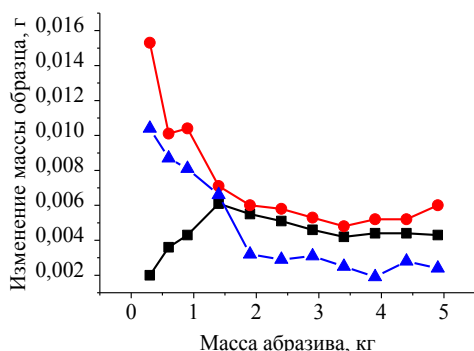


Рис. 4. Испытания покрытия ВК8 на газообразный износ: ■ – сталь без покрытия, ● – покрытие ВК8 (1 слой), ▲ – покрытие ВК8 (3 слоя).

На второй стадии испытаний наблюдается одинаковая динамика износа. Трехкратно легированный образец при этом испытывает меньшие (в 2-2,5 раза в сравнении с однократно легированным образцом) потери массы после каждого этапа обработки, т.е. является наиболее устойчивым к данному виду износа.

Заключение

Таким образом, по результатам исследований нами установлено, что в приповерхностном слое до 16 мкм содержание атомов вольфрама при-

мерно в два раза больше, чем углерода. При однократном легировании в формирующемся упрочняющем покрытии содержится 82 ат.% железа независимо от величины тока при ЭИЛ. Это является причиной низкой износостойкости покрытия, установленной в результате механических тестов. Увеличение числа легирований до двух – трех позволило снизить содержание железа (до 62 ат.%) и, кроме этого, увеличить толщину износостойкого покрытия с одинаковым распределением элементов по всей глубине упрочняющего слоя примерно в три раза. Нами даны рекомендации по использованию трехкратного легирования для формирования качественного износостойкого покрытия при использовании тока ЭИЛ, равного 9 А.

Обеднение по углероду может быть связано с образованием летучих углеродных соединений, поскольку нанесение слоя происходит в воздушной среде.

Список литературы

1. *Preskitt C.A., Alford W.P.* Elastic scattering of protons by vanadium, chromium, iron, and cobalt // *Phys. Rev.* 1959. V. 115. № 2. P.389-397.
2. *Борисов А.М., Востриков В.Г., Нешов Ф.Г., Романовский Е.А., Серков М.В., Байтимеров Р.Р.* Применение спектрометрии ядерного обратного рассеяния протонов с энергией 6-8 МэВ для исследования бора в материалах // *Физика и химия обработки материалов.* 1997. № 1. С. 73-76.
3. *Ведьманов Г.Д., Нешов Ф.Г., Рябухин О.В.* Методы мгновенного ядерного элементного анализа на циклотроне УГТУ-УПИ // *Вестник Уральского государственного технического университета. УПИ.* 2006. Т. 76. № 5. С. 149-165.
4. <http://home.rzg.mpg.de/~mam>.
5. *Романовский Е., Беспалова О., Борисов А. и др.* ЯОР спектрометрия твердых сплавов // *Физика и химия обработки материалов.* 1998. № 6. С. 20–26.
6. *Bromley D.A., Wall N.S.* Elastic Scattering of 5.25-Mev Protons from Co, Ni, Cu, and Zn // *Phys. Rev.* 1956. V. 102. P. 1560-1566.

USING P* NUCLEAR BACKSCATTERING FOR ELEMENT ANALYSIS OF WC-COATINGS

S.S. Zyryanov, A.V. Kruzhalov, S.G. Kuptsov, F.G. Neshov, O.V. Ryaboukhin
URFU, ul. Mira, 19, Ekaterinburg, 620002, Russia, ryaboukhin@mail.ru

Using nuclear backscattering for light element analysis is limited by insufficient data on proton scattering cross-section. In this investigation we found cross-section data of (p, p) scattering on iron and used it for elemental analysis of wolfram carbide coatings. This method showed good possibilities both in depth concentration analysis and light element (carbon) analysis. After studying different condition of coatings depositions we found the best way to make homogeneous and solid wearproof coatings.