



Бадамшин Артем Маратович

**ВЛИЯНИЕ ИОННО-ПУЧКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА
СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И СВОЙСТВА
БЕЗВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ
КАРБИДА И КАРБОНИТРИДА ТИТАНА**

2.6.17. Материаловедение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Омский государственный технический университет» на кафедре «Материаловедение и технологии материалов».

Научный руководитель: **Поворознюк Сергей Николаевич,**
кандидат технических наук, доцент, старший научный сотрудник отдела физики наноматериалов и гетероструктур федерального государственного бюджетного учреждения науки «Омский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук», г. Омск.

Официальные оппоненты: **Гынгазов Сергей Анатольевич,**
доктор технических наук, ведущий научный сотрудник проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск;

Панова Татьяна Викторовна,
кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры общей и экспериментальной физики федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Омский государственный университет» им. Ф.М. Достоевского, г. Омск.

Ведущая организация:
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск.

Защита состоится «18» декабря 2025 г. в 14:00 часов на заседании диссертационного совета 24.2.350.08, созданного на базе ФГАОУ ВО «Омский государственный технический университет» по адресу: 644050, г. Омск, пр. Мира, д.11, ауд. П-202.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Омский государственный технический университет» и на сайте www.omgtu.ru.

Автореферат разослан «___» _____ 2025 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета 24.2.350.08,
кандидат технических наук

Ю.О. Филиппов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Безвольфрамовые твердые сплавы (БВТС), на основе карбида (карбонитрида) титана TiC (TiCN) и различных связующих фаз (TiNi, Ni, Mo), являются недорогой и перспективной альтернативой традиционным вольфрамокобальтовым твердым сплавам. Пониженная склонность БВТС к адгезионному взаимодействию в процессе обработки металлов резанием позволяет применять их в качестве материалов резцов для точения углеродистых и низколегированных сталей. Одним из наиболее распространенных БВТС для проведения токарной обработки стальных деталей является сплав марки КНТ16 (система TiCN-Ni-Mo). Износостойкость и рекомендуемый диапазон режимов работы режущих пластин из данного сплава уступают твердым сплавам на основе карбида вольфрама. Однако, стоимость изготовления инструментов из БВТС КНТ16 существенно (до трёх раз) ниже, чем из твердых сплавов на основе WC.

Ряд разработанных БВТС обладает повышенными вязкоупругими свойствами за счёт наличия в составе связующей фазы TiNi, проявляющей термоупругое мартенситное превращение. Наиболее перспективным из таких сплавов является БВТС марки С50 состава: (50 TiC – 50 TiNi) об. %. Такие БВТС могут быть применены для изготовления фильер, прокатных валков и других тяжело нагруженных инструментов. Недостатком данных БВТС является низкое значение твердости (~ 1100 ед. HV), что приводит к повышенному абразивному изнашиванию.

Для повышения механических свойств и эксплуатационных характеристик твердосплавных инструментов, наряду с совершенствованием состава и технологии изготовления, существует ряд перспективных методов, основанных на изменении структурно-фазового состава и свойств поверхностных слоёв. Одним из таких методов является ионно-пучковая обработка. Воздействие ионных пучков на поверхность твердых сплавов сопровождается изменением их кристаллической структуры, диффузионными процессами на границе раздела твердых карбидных зёрен и связки, образованием новых химических соединений и фаз. Эти процессы приводят к изменениям эксплуатационных свойств твердых сплавов. Характер протекания таких процессов зависит от состава, энергии, дозы облучения и плотности тока ионного пучка. Применяемые в настоящее время источники ионных пучков отличаются по интенсивности воздействия на облучаемый материал. Воздействие мощных ионных пучков (МИП) является краткоимпульсным, высокоэнергетическим и интенсивным (длительность импульса облучения составляет десятки наносекунд, энергия ионов – несколько сотен кэВ, а плотность тока ионного пучка достигает 150 А/см²). Данный вид облучения приводит к существенному изменению морфологии поверхности, состава и механических свойств поверхностных слоёв материалов, но, в ряде случаев, может сопровождаться их охрупчиванием. Другим видом ионно-пучковой обработки является облучение низко- и среднеэнергетическими непрерывными ионными пучками (НИП). Энергия ионов и плотность тока пучка в НИП существенно ниже, чем при облучении МИП (энергия от единиц до нескольких десятков кэВ, плотность тока до ~ 1 мА/см²). Данный вид облучения характеризуется меньшей интенсивностью и глубиной модифицированного слоя, однако воздействие НИП, как правило, не приводит к существенному охрупчиванию поверхностных

слоёв. Выбор наиболее целесообразного метода ионного облучения определяется экспериментально, поскольку зависит от условий работы детали и свойств материала.

Глубина пробега ионов в металлах имеет весьма малое значение (до ~ 200 нм при непрерывных ионных пучках, до 1-2 мкм при мощных импульсных ионных пучках). Однако, толщина слоя с измененными в результате облучения свойствами может существенно превышать глубину пробега ионов. Это обусловлено хорошо изученным «эффектом дальнего действия», который заключается в формировании дефектной структуры на расстояниях, существенно (до двух порядков) превышающих толщину легируемого при облучении поверхностного слоя и переносом тепловых потоков с разогретой под действием пучка поверхности в более глубокие слои материала. Кроме того, характер процесса изнашивания модифицированных слоёв отличается от исходных, что оказывает большое влияние на процесс приработки инструментов и особенности их изнашивания в процессе всего периода работы.

Несмотря на большое количество работ в области ионного облучения твердых сплавов системы WC-Co, результаты которых были внедрены в производство, вопрос исследования влияния ионных пучков на структуру, состав и свойства безвольфрамовых твердых сплавов остаётся малоизученным и представляет большой научно-практический интерес.

Степень разработанности темы исследования.

Влиянию воздействия ионных пучков различной энергии и интенсивности на структуру, состав и свойства поверхностных слоёв твердосплавных материалов посвящено большое количество исследований российских и зарубежных авторов. В Российской Федерации исследования в данном направлении проводятся в Национальном исследовательском Томском политехническом университете (г. Томск), Институте физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Омском государственном университете им. Ф.М. Достоевского (г. Омск). Существенный вклад в данные исследования внесли В.В. Брюхов, Ю.П. Шаркеев, Г.И. Геринг, К.Н. Полещенко, С.Н. Поворознюк, Г.Е. Ремнев, А.Д. Погребняк, J. Ху, В. Guo, В.А. Тарбоков, Н.И. Писчасов и др. Объектами исследования в работах являлись твердые сплавы систем: WC-Co, WC-TiC-Co. При этом, исследований в области влияния ионного облучения БВТС на основе TiC крайне недостаточно. В существующих работах приводятся лишь единичные результаты экспериментов по влиянию воздействия ионных пучков на механические и эксплуатационные характеристики БВТС. Систематизированных исследований влияния различных видов и режимов ИЛО на протекание структурно-фазовых превращений, изменений механических свойств и функциональных характеристик поверхностных слоёв БВТС при проведении литературного обзора не обнаружено.

В связи с этим, получение новых знаний о влиянии непрерывных и мощных импульсных ионных пучков на изменение морфологии, состава и свойств поверхностных слоёв безвольфрамовых твердых сплавов является актуальной задачей материаловедения.

Цель диссертационной работы

Повышение износостойкости обрабатываемого инструмента из безвольфрамовых твердых сплавов на основе карбида и карбонитрида титана в результате воздействия непрерывных и мощных импульсных ионных пучков.

Для достижения поставленной цели определены следующие задачи:

1. Провести исследование изменения морфологии поверхностей БВТС систем «TiCN-Ni-Mo», «TiC-TiNi» подвергнутых воздействию непрерывных и мощных импульсных ионных пучков.

2. Изучить влияние ионно-пучкового воздействия на изменения структурно-фазового состояния и элементного состава поверхностных слоёв исследуемых БВТС.

3. Исследовать изменение износостойкости БВТС, в результате ионно-пучкового воздействия.

Научная новизна.

1. Установлено, что воздействие мощного ионного пучка (состав пучка 70% C^{++} 30% H^+ , средняя энергия частиц $E \approx 250$ кэВ, плотность тока пучка $j = 150$ А/см², длительность импульса ~ 60 нс, число импульсов $n=1$) приводит к формированию в оплавленной поверхности БВТС системы «TiC-TiNi» дополнительных карбидов TiC, источником для формирования которых является поверхностно-адсорбированный, а также содержащийся в ионном пучке и диффундирующий из карбидных зёрен твердого сплава в связку углерод.

2. Определено, что воздействие мощного ионного пучка приводит к снижению приблизительно в 2 раза содержания фазы $TiNi_3$, а также исчезновению фазы Ti_2Ni_3 и появлению фазы Ti_3Ni_4 в БВТС системы «TiC-TiNi», что обусловлено процессами испарения никеля и сегрегации титана к поверхности.

3. Отмеченная выше совокупность изменений химического состояния и фазового состава поверхностного слоя БВТС системы «TiC-TiNi» приводит к снижению скорости его изнашивания в условиях абразивного трения.

4. Установлено, что воздействие непрерывного ионного пучка N^+Ti^+ с энергией ионов $E \approx 20$ кэВ и дозой облучения $\sim 5 \cdot 10^{17}$ ион/см² приводит к увеличению содержания азота в карбонитридной фазе БВТС системы «TiCN-Ni-Mo», что увеличивает среднее значение его микротвердости на $\sim 23\%$ и повышает износостойкость при токарной обработке сталей.

Практическая значимость.

1. Воздействие мощного импульсного ионного пучка состава 70% C^{++} 30% H^+ , с энергией частиц $E \approx 250$ кэВ, плотностью тока $j = 150$ А/см² и числом импульсов $n = 1$ приводит к повышению износостойкости БВТС системы «TiC-TiNi» при абразивном трении до $\sim 3,3$ раз (Патент РФ № 2792538).

2. Воздействие непрерывного ионного пучка N^+Ti^+ с энергией ионов $E \approx 20$ кэВ, дозой облучения $\sim 5 \cdot 10^{17}$ ион/см² приводит к повышению износостойкости металлорежущих пластин из БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» при чистовом точении стали 40ХН до $\sim 1,5$ раз.

3. Результаты диссертационной работы использованы в практической деятельности АО «АК «Омскагрегат» при проведении токарной обработки среднеуглеродистых низколегированных сталей.

Теоретическая значимость.

Теоретическая значимость полученных в работе результатов заключается в расширении знаний о влиянии воздействия непрерывных и импульсных ионных пучков на изменение морфологии, фазового, химического и элементного состава поверхностных слоёв безвольфрамовых твердых сплавов систем «TiCN-Ni-Mo», «TiC-TiNi».

На защиту выносятся:

1. Зависимости изменения структуры, химического состояния и износостойкости поверхности БВТС системы «TiC-TiNi» вследствие воздействия мощного импульсного ионного пучка состава $C^{++}H^+$ наносекундной длительности.

2. Зависимости изменения структуры, химического состояния и износостойкости поверхности БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» вследствие воздействия непрерывного ионного пучка состава $N^+ + Ti^+$.

Методология и методы исследования

Для изучения объектов в диссертационной работе использованы современные приборы и взаимодополняющие методы исследований: методы электронной и атомно-силовой микроскопии, метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и рентгеноструктурный анализ. Для определения механических и эксплуатационных свойств в работе также применены стандартные методы испытаний.

Степень достоверности полученных результатов обеспечивается корректной постановкой цели и задач исследования, надёжной статистикой экспериментов, использованием комплекса независимых методов анализа с применением сертифицированного современного оборудования и современных концепций анализа экспериментальных данных, согласованием полученных результатов с литературными данными.

Личный вклад автора заключается в определении темы работы и постановке задач исследования, участии в ионном облучении образцов, проведении рентгеноэлектронных и электронно-микроскопических исследований, проведении экспериментов и обработке полученных результатов, написании научных публикаций в составе авторского коллектива, подготовке их к опубликованию.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 22 научные работы. Из них 8 – в изданиях, рекомендованных ВАК Министерства науки и высшего образования РФ, 4 публикации в зарубежных изданиях, входящих в базу цитирования Scopus.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы представлены на XI, XII, XIII Международных научно-технических конференциях «Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства» (Омск, 2021, 2022, 2023 гг.); X Международной научно-технической конференции «Техника и технологии машиностроения» (Омск, 2021 г.); 3 Российской научной конференции «Радиофизика, фотоника и исследование свойств вещества» (Омск, 2024 г.); VI, VII Региональных научно-технических конференциях «Ученые Омска - региону» (Омск, 2021, 2022 гг.); Региональной научно-практической конференции «Нанотехнологии. Информация. Радиотехника.» (Омск, 2022 г.).

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и библиографического списка. Работа изложена на 127 страницах, включает в себя 65 рисунков, 14 таблиц и 114 ссылок на источники литературы.

Содержание работы

Во введении раскрыта сущность и обоснована актуальность работы, сформулирована цель и задачи работы, отмечена научная новизна работы, ее теоретическая и практическая значимость.

Первая глава посвящена описанию характеристик безвольфрамовых твердых сплавов, их преимуществ и недостатков в сравнении со сплавами на основе WC. Показаны основные способы повышения их механических свойств.

Приведены результаты работ, посвященных исследованию структуры и свойств твердосплавных материалов после обработки импульсными и непрерывными ионными пучками.

Обзор российских и зарубежных работ показал, что применение непрерывных и мощных импульсных ионных пучков является перспективным методом повышения эксплуатационных свойств безвольфрамовых твердых сплавов на основе TiC и TiCN.

На основании проведенного анализа сформирована цель и задачи диссертационного исследования.

Во второй главе описаны объекты и методы исследования.

Объектами исследования выбраны коммерческие трёхгранные металлорежущие пластины из БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» марки КНТ16 состава (74% TiCN, 19.5% Ni, 6.5% Mo) масс. % и спеченные в лабораторных условиях образцы БВТС системы «TiC-TiNi» марки С50 состава (50 TiC- 50 TiNi) об. %. Образцы БВТС С50 изготавливались из смеси порошков карбида и никелида титана с добавлением 6 % раствора каучука в бензине. Частицы TiC имели размер в диапазоне от 1 до 5 мкм TiNi — от 5 до 50 мкм. Образцы прессовались при давлении 150 ± 10 МПа. Спекание проводилось в печи СШВ 1.25/25 при давлении $5 \cdot 10^{-5}$ Торр и температуре 1350 ± 10 °С.

Облучение БВТС непрерывными ионными пучками (НИП) проводилось на источнике непрерывных ионных пучков «КОМПОЗИТ» в ОНЦ СО РАН со следующим режимом:

- состав ионного пучка: $N^+ + Ti^+$ при энергии ионов 20 кэВ и дозе облучения $5 \cdot 10^{17}$ ион/см².

Литературный обзор показал, что повышение износостойкости твердых сплавов в результате облучения может быть связано с изменением химического состояния их поверхности. Поэтому, был выбран состав химически активных ионов: $N^+ + Ti^+$.

Облучение БВТС мощными импульсными ионными пучками проводилось на ускорителе ионов «ТЕМП» в ОмГУ им. Ф.М. Достоевского) на следующих режимах:

Состав ионного пучка: C^+ (70%) + H^+ (30%); энергия ионов: 250 кэВ; длительность импульса: ~ 60 нс; плотность тока пучка: 150 А/см²; количество импульсов: 1, 3, 5, 10.

В используемом для проведения исследования ускорителе такие параметры, как: состав пучка, энергия ионов и длительность импульса являются постоянными. Приведенные в литературном обзоре исследования свидетельствуют о том, что оптимальными для модификации металлов являются пучки с плотностью тока $j = 50 - 150$ А/см². При этом, был проведен предварительный эксперимент, который показал, что облучение БВТС с плотностью тока пучка 50 и 100 А/см² не приводит к существенным изменениям морфологии и структуры поверхности, что связано с тугоплавкостью компонентов БВТС. Поэтому, был выбран пучок с плотностью тока $j = 150$ А/см².

Анализ изменений морфологии БВТС проводился с использованием методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) на базе НОРЦ «Нанотехнологии» (ОмГТУ).

Исследование химического, элементного и фазового состава БВТС проводилось с использованием методов рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), энергодисперсионного анализа (ЭДА) и рентгеноструктурного анализа (РСА) на базе ОНЦ СО РАН и ОмГТУ.

Микротвердость образцов определялась с использованием микротвердомера Shumadzu HNV-2 с нагрузкой на индентор 200 гр.

Испытание металлорежущих пластин марки КНТ16 на износостойкость при токарной обработке проводилось на токарном станке 1К62. Обрабатываемый

материал – сталь 40ХН. Критерием износа при чистовом точении стали служила длина фаски износа по задней поверхности пластин. При черновом точении исследовался характер разрушения передних поверхностей пластин.

Исследование потери массы образцов БВТС марки С50 при трении об абразив проводилось на специальном стенде по схеме «палец-диск» при условиях: давление на образец $P = 0,1$ МПа, скорость перемещения диска относительно образцов составляла $V = 2,1$ м/с. Контртело – абразивный круг на основе карбида кремния с величиной зернистости по ГОСТ 3647-80 – 40 ед.

Третья глава посвящена исследованию изменения структуры, фазового и химического состава поверхностей БВТС С50 и КНТ16 после их облучения непрерывными и мощным ионными пучками.

На рисунке 1 представлены РЭМ-изображения поверхности БВТС С50 в исходном состоянии и после облучения. На исходной поверхности (рис. 1а) присутствуют зёрна TiC и связка $TiNi$. Размер зёрен TiC составляет $\sim 1-5$ мкм. Облучение МИП ($n=1$) приводит к оплавлению поверхности (рис. 1 б). После двукратного облучения (рис. 1 в) наблюдаются микротрещины. Причиной их образования являются высокие градиенты термомеханических напряжений, возникающие при воздействии пучка. При облучении БВТС С50 НИП (рис. 1 г) микрорельеф поверхности образца становится более развитым: в результате распыления связующей фазы $TiNi$ происходит выделение зёрен TiC на поверхности твердого сплава.

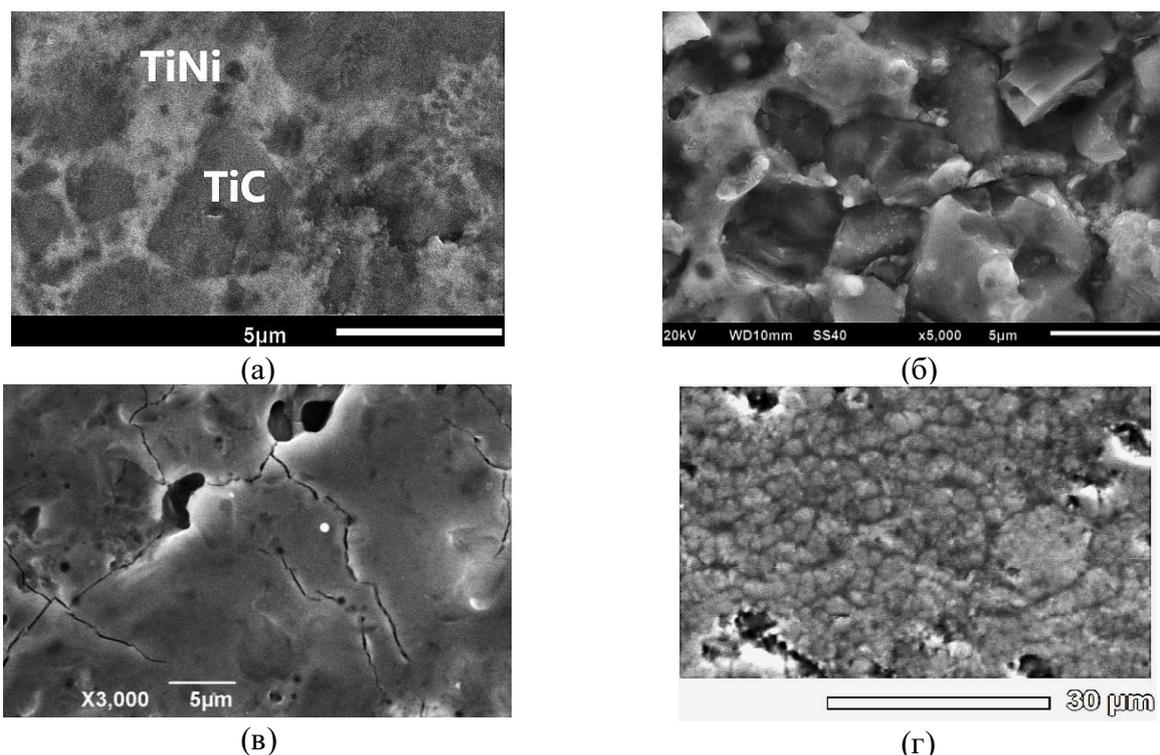


Рисунок 1. РЭМ-изображения поверхности БВТС С50: в исходном состоянии (а); после облучения: одним (б), двумя (в) импульсами МИП, после облучения НИП (г)

Таким образом, установлено что воздействие МИП с числом импульсов $n=1$ приводит к плавлению поверхности БВТС С50. Увеличение числа импульсов $n>1$ приводит к формированию трещин, что может оказывать негативное влияние на свойства БВТС. Исследования изменений элементного состава и химического состояния проводилось для образцов облученных МИП с числом импульсов $n=1$, а также НИП.

После проведения ЭДА- анализа образцов С50 были выявлены изменения элементного состава:

1. Воздействие МИП приводит к снижению концентрации углерода в зёрнах TiC. В исходном БВТС отношение $[Ti]/[C]$ составляет 1,36, после облучения данное значение увеличивается до 2,2. Снижение концентрации углерода относительно титана в зёрнах может быть связано с разложением Ti-C связей под воздействием МИП.

2. Облучение МИП приводит к повышению концентрации титана в TiNi. В исходном состоянии среднее отношение концентрации $[Ti]/[Ni]$ в связке составляет 0,51. После однократного воздействия МИП данное значение увеличивается до 6,14.

3. В результате облучения НИП наблюдается увеличение содержания кислорода в связке БВТС с $\sim 14,3$ ат. % до $\sim 31,4$ ат. %.

Исследование изменения химического состояния поверхностных слоёв БВТС проводилось методом РФЭС. На рисунке 2 представлены РФЭС C_1s (а,б) и Ti_2p (в,г) спектры БВТС С50 в исходном состоянии и после облучения МИП (n=1). Исходный C_1s спектр аппроксимируется компонентами, отвечающими: C=C/C-C (~ 285 эВ), C-Ti (282 эВ), C-O и C=O (287,5 и 289 эВ) связям. После облучения (рис. 2б) увеличивается интегральная интенсивность компонента, отвечающего углероду в составе C-Ti связей. Ti_2p спектр исходного образца (рис. 2в) аппроксимируется тремя дублетными компонентами. Пик на энергии связи $\sim 458,2$ эВ отвечает TiO_{2-x} . Компонент на энергиях связи $\sim 455 \pm 0,1$ эВ соответствует Ti-C. Пик на энергии связи 454,1 эВ отвечает титану Ti^0 , входящему в состав TiNi. В спектре образца, облученного МИП (рис. 2г) наблюдается увеличение интенсивности компонентов, отвечающих металлическому титану (Ti^0) и TiC, что может указывать на протекание процессов испарения оксидов и формирование дополнительных Ti-C соединений в оплавленном модифицированном слое.

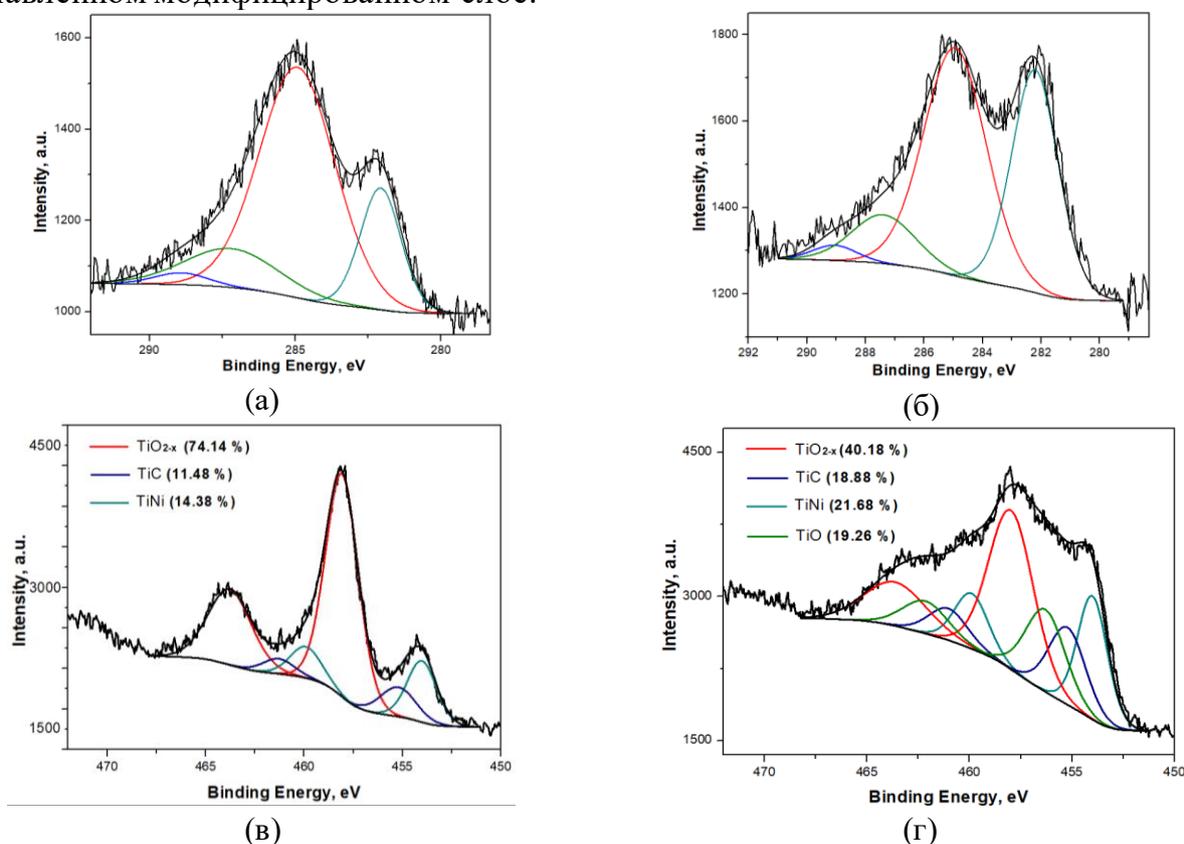


Рисунок 2. РФЭС C_1s и Ti_2p спектры образцов С50: (а, в) в исходном состоянии, (б, г) после облучения МИП n=1

Результаты аппроксимации Ti_{2p} спектров исходного и облученного образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты аппроксимации РФЭС- Ti_{2p} спектров.

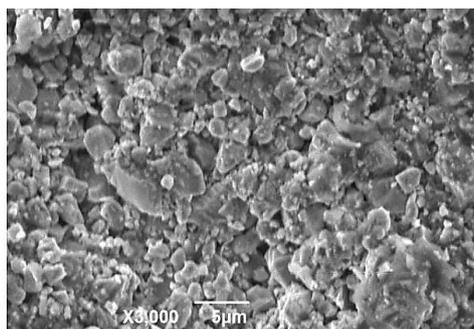
Компонент	Относительная интенсивность компонентов, %.			
	TiO_2 (TiO_{2-x})	TiO	TiC	Ti^0
В исходном состоянии	74,14	-	11,48	14,38
После облучения МИП	40,18	19,26	18,88	21,68

Снижение доли оксидов на поверхности при воздействии МИП позволяет предположить, что одним из механизмов формирования дополнительных карбидов в поверхностных слоях БВТС является карботермическое восстановление титана. Продуктами данной реакции являются карбид и оксикарбиды титана, а температура её протекания составляет ~ 1200 °С.

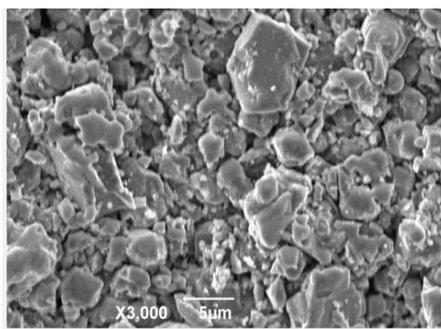
Формирование карбидов TiC может протекать и при прямом взаимодействии титана в металлическом состоянии с углеродом, температура данного процесса составляет ~ 2000 °С.

Источником формирования TiC в поверхностных слоях БВТС может быть поверхностно-адсорбированный углерод. Для подтверждения этого был проведен эксперимент по облучению МИП титана ВТ1-0, в котором в исходном состоянии отсутствует TiC . По данным РФЭС-анализа (линия Ti_{2p}) было установлено, что на поверхности титана после облучения МИП ($n=1$) формируется $\sim 20,3$ % $Ti-C$ соединений.

Другим источником для формирования $Ti-C$ могут быть свободные атомы углерода, образовавшихся в результате разрушения химических связей между титаном и углеродом в зёрнах БВТС с последующей диффузией углерода в связку. Данный процесс возможен при плавлении зёрен TiC ($T_{пл} TiC=3250\pm 150$ °С). Для прямого подтверждения плавления TiC в процессе воздействия МИП проводился эксперимент по облучению спрессованного и спеченного порошка TiC (рис. 3). Исходная поверхность TiC (рис. 3а) представляет собой спеченный порошок с небольшим количеством пор. После воздействия МИП ($n=1$) (рис. 3б) наблюдается локальное плавление зёрен TiC : мелкие зёрна образуют конгломераты с крупными. Полученные результаты показывают, что температура разогрева поверхности под действием МИП достигает $T_{пл} TiC$ (~ 3260 °С), что подтверждает возможность механизма разрыва $Ti-C$ связей в карбидных зёрнах БВТС с последующей диффузией свободного углерода в связку с образованием в ней TiC .



(а)



(б)

Рисунок 3. РЭМ-изображения поверхности спеченного порошка TiC в исходном состоянии (а), после одного импульса облучения МИП (б)

При проведении РФЭС-исследований БВТС С50 после облучения НИП обнаружено окисление связи TiNi. Окисление связи может происходить в процессе облучения за счёт взаимодействия разогретой под воздействием пучка поверхности образца и остаточной атмосферой в камере имплантера.

Исследование изменений фазового состава облученных БВТС проводилось с использованием метода РСА.

На рисунке 4 представлены участки дифрактограмм БВТС С50 в исходном состоянии (а) и после однократного воздействия МИП (б). На дифрактограмме исходного образца наблюдаются рефлексы, отвечающие TiC, TiNi и фазам с избыточным содержанием никеля (Ti_2Ni_3 , $TiNi_3$). Наличие последних приводит к охрупчиванию БВТС. На дифрактограмме облученного образца наблюдается снижение интенсивности рефлекса, отвечающего фазе TiNi₃ (в ~ 2 раза). Кроме того, на дифрактограмме исходного образца присутствует рефлекс Ti_2Ni_3 , а на дифрактограмме облученного – Ti_3Ni_4 . Снижение количественного содержания TiNi₃ и отсутствие обогащённой никелем фазы Ti_2Ni_3 в поверхностных слоях облученного твердого сплава может быть связано с процессом сегрегации титана к поверхности БВТС, либо испарением никеля при воздействии пучка. Рассчитанное среднее значение параметра a_{TiC} в результате облучения уменьшается с 4,287 Å до 4,281 Å, что может говорить о снижении концентрации углерода в зёрнах TiC.

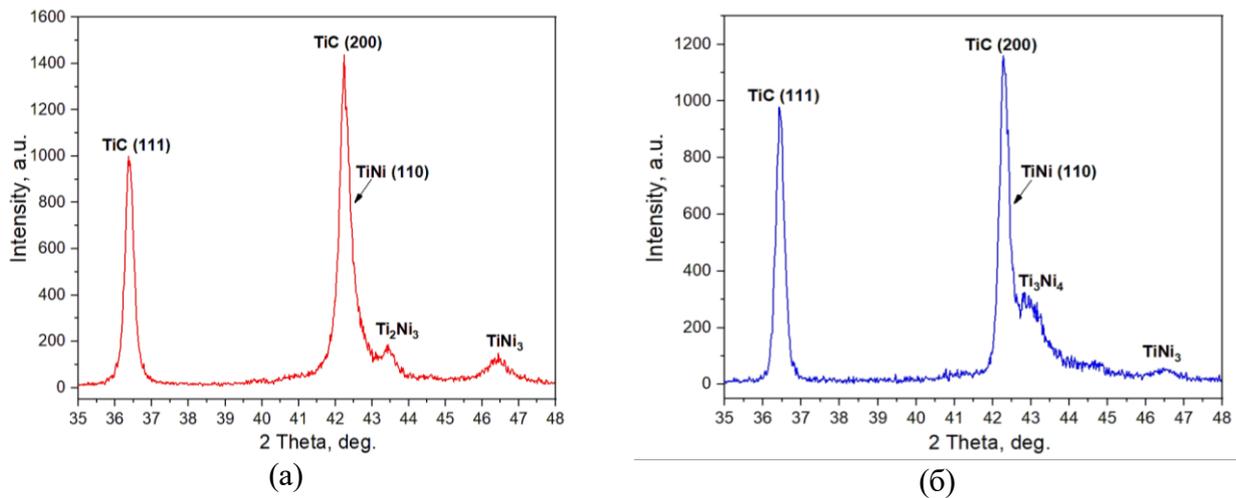


Рисунок 4. Фрагменты дифрактограмм БВТС С50 в исходном состоянии (а) и после облучения МИП (n=1) (б)

РСА облученных НИП образцов не показал существенных изменений. Это связано с большой глубиной анализа данного метода (слой половинного ослабления $Cu-k_{\alpha}$ излучения, характеризующий максимальную глубину анализа составляет ~10-15 мкм).

Таким образом, при исследовании изменений морфологии, элементного, химического и фазового состава БВТС марки С50 было установлено, что однократное воздействие МИП приводит к плавлению поверхности. Увеличение числа импульсов $n > 1$ приводит к возникновению микротрещин, что может оказывать негативное влияние на эксплуатационные свойства БВТС. С применением метода РФЭС, установлено, что в оплавленных модифицированных слоях формируются дополнительные карбиды TiC. С применением метода РСА установлено, что воздействие МИП приводит к снижению содержания «хрупких» обогащённых никелем фаз (снижение интенсивности $TiNi_3$, исчезновение рефлекса Ti_2Ni_3). Данные изменения могут приводить к улучшению механических свойств БВТС С50.

Воздействие НИП приводит к распылению и окислению связки БВТС в тонких поверхностных слоях БВТС.

На рисунке 5 представлены РЭМ-изображения БВТС КНТ16 в исходном и облученном состояниях. В исходном состоянии (рис. 5а) ввиду пористости сплава затруднена идентификация компонентов БВТС. Однократное облучение МИП (рис. 5б) приводит к частичному оплавлению поверхности. Аналогичные изменения наблюдаются при облучении МИП с числом импульсов $n=2$. Воздействие трёх импульсов МИП (рис. 5 в) приводит к формированию полностью оплавленного слоя и микротрещин. После облучения НИП $N^{++}Ti^{+}$ (рис. 5г) на поверхности наблюдаются карбонитридные зёрна округлой формы, вокруг которых распределена связка.

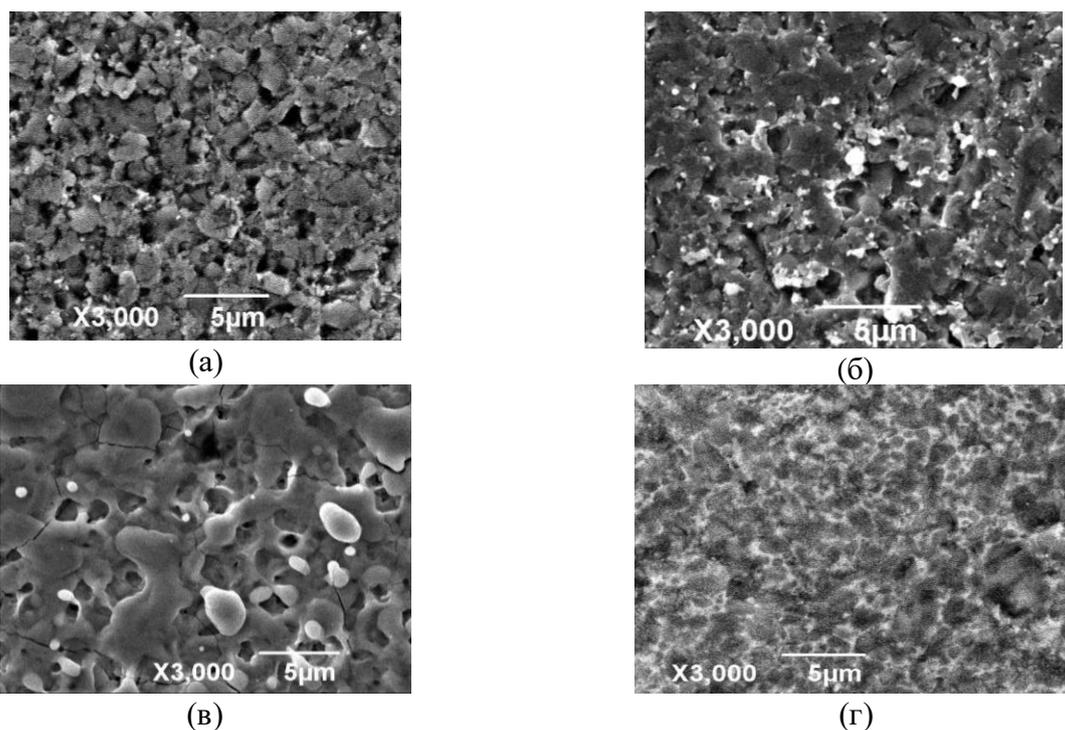
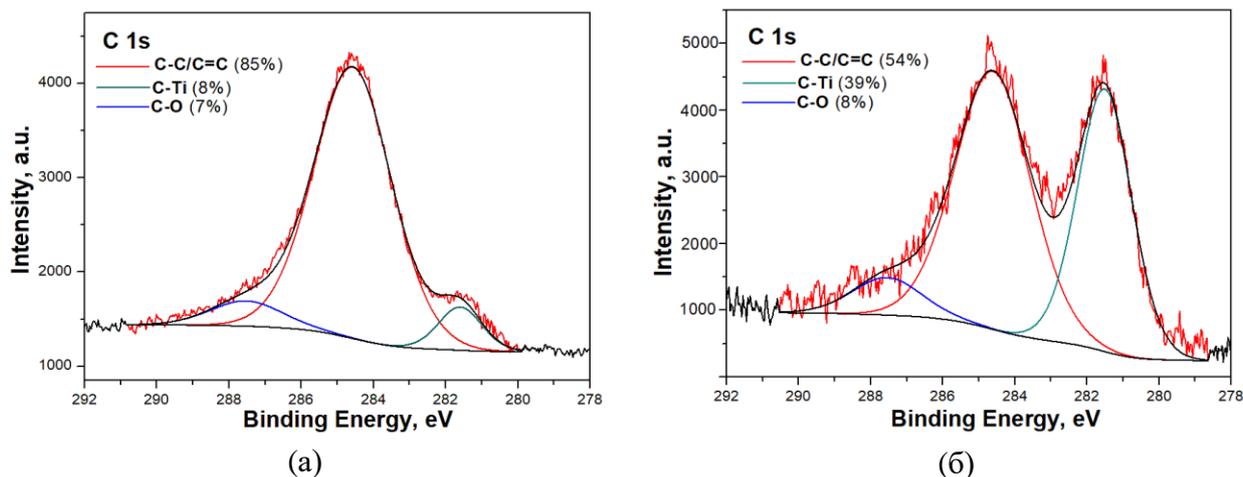


Рисунок 5. РЭМ- изображения поверхности БВТС КНТ16: в исходном состоянии (а), после одного (б), трёх (в) импульсов МИП, после облучения НИП (г)

Исследование изменений химического и фазового состава БВТС КНТ16 проводилось после однократного облучения МИП, а также воздействия НИП.

На рисунке 6 представлены C_{1s} (а, б) и Mo_{3d} (в, г) спектры БВТС КНТ16 в исходном состоянии (а, б) и после воздействия МИП ($n=1$).



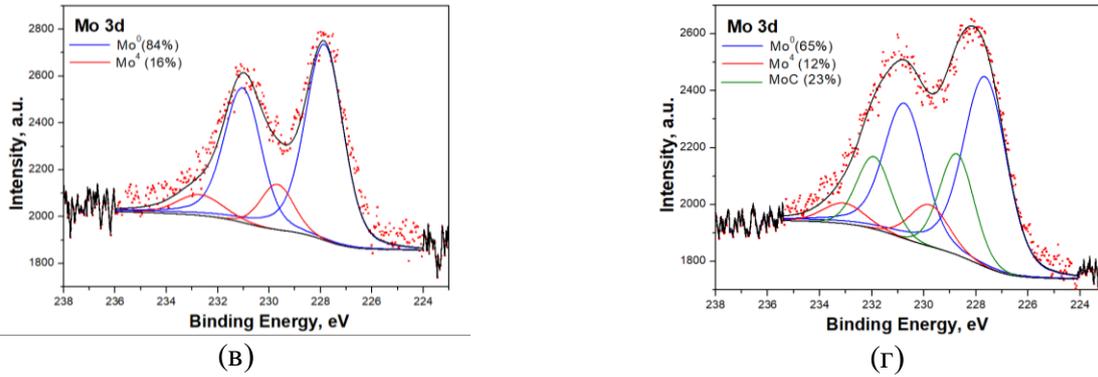


Рисунок 6. РФЭС C_1s и Mo_3d спектры образцов КНТ16: (а, б) в исходном состоянии, (в, г) после облучения МИП (n=1)

В C_1s спектре исходного образца (рис. 6а) компонент на энергии связи $\sim 284,6$ эВ отвечает углероду в C=C/C-C связях, компонент на энергии связи $\sim 281,5$ эВ отвечает C-Ti в составе карбидных зерен, либо соединению углерода с элементами NiMo связи. После облучения МИП (рис. 6б) наблюдается значительное увеличение концентрации «карбидного» компонента с 8 % до 39 %, что может указывать и на формирование дополнительных карбидных соединений в никель-молибденовой связке.

Анализ РФЭС Mo_3d спектров показал, что в исходном образце (рис. 6в) Mo находится в двух химических состояниях: Mo⁰ ($\sim 227,7$ эВ) и MoO₂ (229,7 эВ). В спектре образца, облученного МИП (рис. 6г) присутствует пик на энергии связи $\sim 228,7$ эВ, что отвечает MoC. Температура формирования MoC соединений находится в диапазоне $\sim 1200-1600$ °С. Учитывая, что при проведении РФЭС исследований не было обнаружено формирования карбида никеля, можно утверждать, о формировании на поверхности БВТС карбида молибдена при воздействии МИП.

Изменение относительного содержания химических компонентов было обнаружено в поверхностных слоях БВТС КНТ16 после облучения НИП N⁺+Ti⁺. Спектры Ti_2p исходного (рис. 7а) и облученного (рис. 7б) образцов аппроксимируются тремя дублетными компонентами максимумы наиболее интенсивной линии (Ti 2p_{3/2}) которых расположены на энергиях связи ~ 458.6 эВ, 456.8 эВ и 454.9 эВ, что отвечает оксиду титана (TiO₂), субоксиду TiO и титану, химически связанному с углеродом и азотом (TiC/TiCN). После воздействия НИП наблюдается увеличение интегральной интенсивности компонента, отвечающего TiCN/TiC на 12%. Учитывая отсутствие изменений в C_1s спектрах данных образцов, можно утверждать об увеличении содержания азота в поверхностных слоях зёрен TiCN твердого сплава.

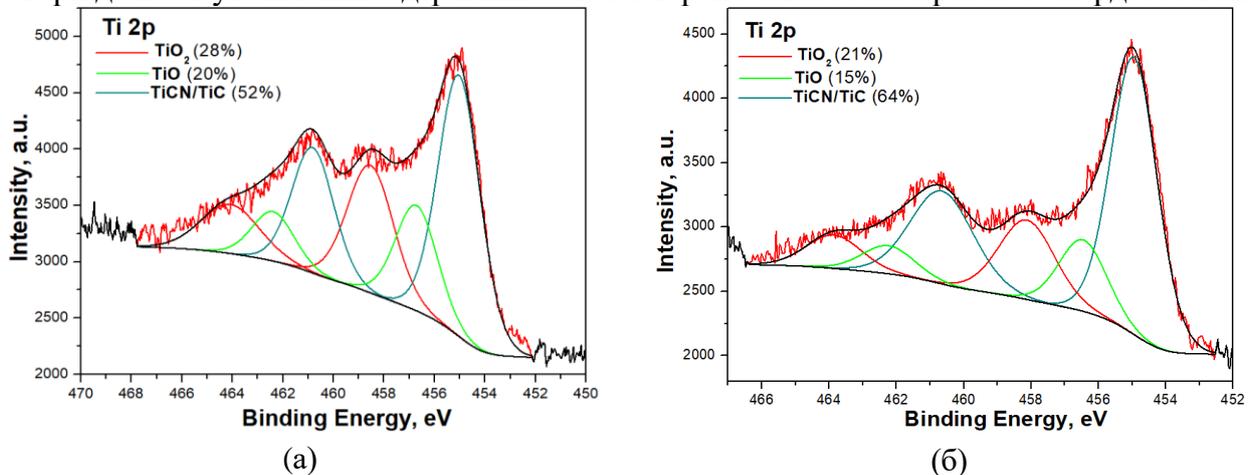


Рисунок 7. РФЭС C_1s и Mo_3d спектры образца КНТ16: (а) – в исходном состоянии, (б) – после облучения НИП

На рисунке 8 представлены фрагменты дифрактограмм БВТС КНТ16 в исходном состоянии и после облучения МИП ($n=1$). Анализ дифрактограмм показал наличие фаз: TiCN и Ni₃Mo. Положение максимумов рефлексов, отвечающих TiCN, после обработки МИП, смещается в области больших значений, что указывает на уменьшение межплоскостного расстояния кристаллической решетки и может быть связано с изменением стехиометрии TiCN (уменьшением содержания углерода). По результатам расчёта параметр a_{TiCN} уменьшился с 4,312 Å до 4,298 Å.

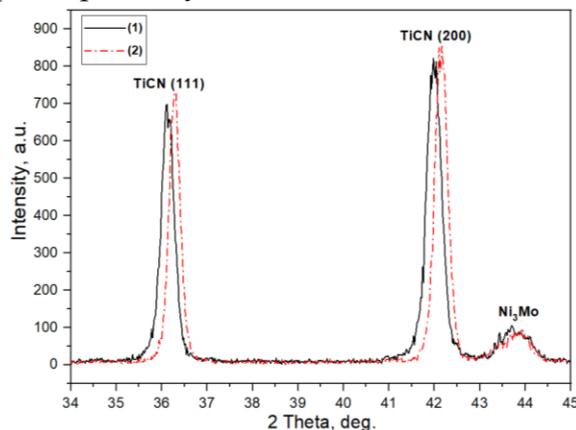


Рисунок 8. Фрагменты дифрактограмм БВТС КНТ16: (1) – исходное состояние, (2) – после облучения МИП ($n = 1$)

Таким образом, при исследовании изменений морфологии, химического и фазового состава БВТС марки КНТ16 было установлено, что воздействие МИП ($n=1$, 2) приводит к частичному плавлению поверхности БВТС. Увеличение числа импульсов $n>2$ приводит к появлению микротрещин. С применением метода РФЭС, установлено, что в оплавленных модифицированных МИП слоях формируются дополнительные карбиды MoC. После облучения НИП увеличивается содержание азота в TiCN зёрнах БВТС, что может приводить к повышению его износостойкости.

Четвертая глава посвящена исследованию влияния ионно-пучкового воздействия на изменение микротвердости и износостойкости БВТС.

На рисунке 9 приведены средние значения микротвердости БВТС С50 (а) и КНТ16 (б) в исходном состоянии и после различных режимов ионного облучения.

Установлено, что наибольшее увеличение среднего значения микротвердости для БВТС С50 достигается после облучения МИП ($n=1$) с 1165 до 1596 ед. HV.

Наибольшее увеличение микротвердости БВТС КНТ16 (с 1286 до 1582 ед. HV) достигается при облучении НИП $N^{+}+Ti^{+}$.

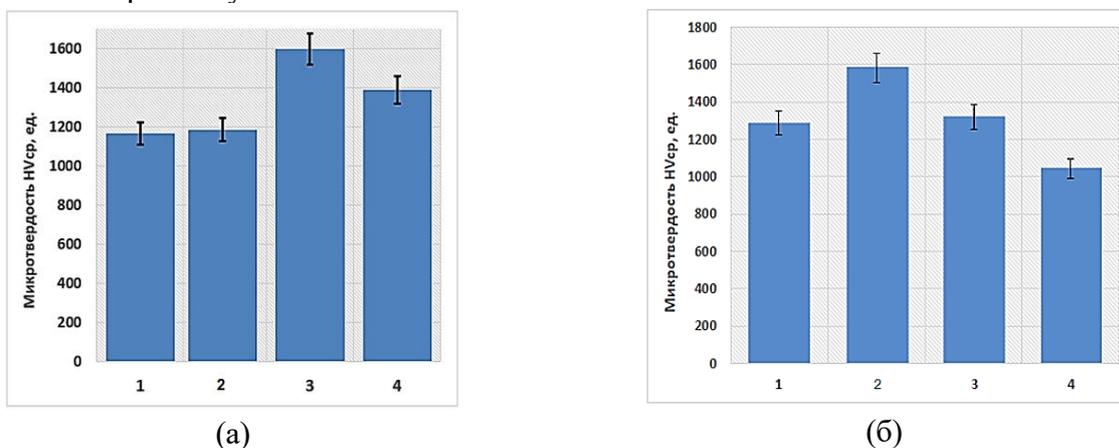


Рисунок 9. Микротвердость БВТС С50 (а) и КНТ16 (б): (1) – исходное состояние, (2) – НИП (3) – МИП $n = 1$, (4) – МИП $n = 2$.

Увеличение микротвердости должно способствовать снижению скорости изнашивания БВТС при абразивном трении. Абразивный вид изнашивания в значительной степени проявляется в условиях трибоконтакта с твердыми частицами, а также при токарной обработке металлов.

Для оценки износостойкости БВТС С50 проводилось испытание на величину массового износа при трении об абразив по схеме «палец-диск».

На рисунке 10 представлены полученные экспериментальные кинетические кривые изнашивания для исходного и облученного МИП с различным числом импульсов образцов БВТС С50.

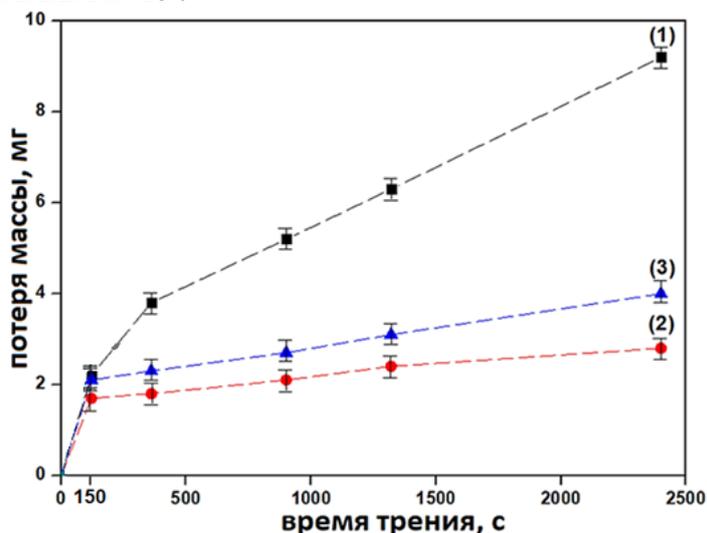


Рисунок 10. Кинетические кривые изнашивания БВТС С50 при трении об абразив: 1 – исходный образец; 2 – МИП – 1 импульс; 3 – МИП – 2 импульса.

На кинетической кривой исходного образца отмечается стадия приработки в течении первых ~ 150 секунд испытания, после чего наблюдается снижение скорости изнашивания, а сама кривая приобретает линейный вид. Потеря массы исходного образца после 2400 секунд трения составила 9,2 мг. У облученных образцов период приработки также составляет ~ 150 секунд, после чего наблюдается меньшая, чем у исходного образца, скорость изнашивания. Уменьшение скорости изнашивания при длительном времени трения облученных образцов может быть связано со снижением содержания хрупкой фазы $TiNi_3$ и формированием дополнительных карбидов в модифицированных МИП слоях БВТС. Общая потеря массы для образца, однократно облученного МИП, составила 2,8 мг, для образца, облученного двумя импульсами – 3,9 мг.

Для оценки износостойкости металлорежущих пластин из БВТС КНТ16 проводилось их испытание при чистовом и черновом режиме токарной обработки стали 40ХН. На рисунке 11 представлены зависимости длин задних фасок износа от пути резания облученных и исходных пластин при чистовом точении стали 40ХН ($v = 106$ м/мин, $S = 0,15$ мм/об., $t = 0,15$ мм). На кривой изнашивания исходной пластины при достижении пути точения 6000 м длина фаски износа задней поверхности достигает 0,4 мм. Облучение пластин МИП приводит к увеличению износостойкости (длина фаски износа задней поверхности после 11000 м чистового точения составляет $\sim 0,4$ мм, что свидетельствует о повышении износостойкости облученных пластин в $\sim 1,5$ раз в сравнении с исходными). Облучение пластин МИП привело к снижению износостойкости при данном режиме токарной обработки.

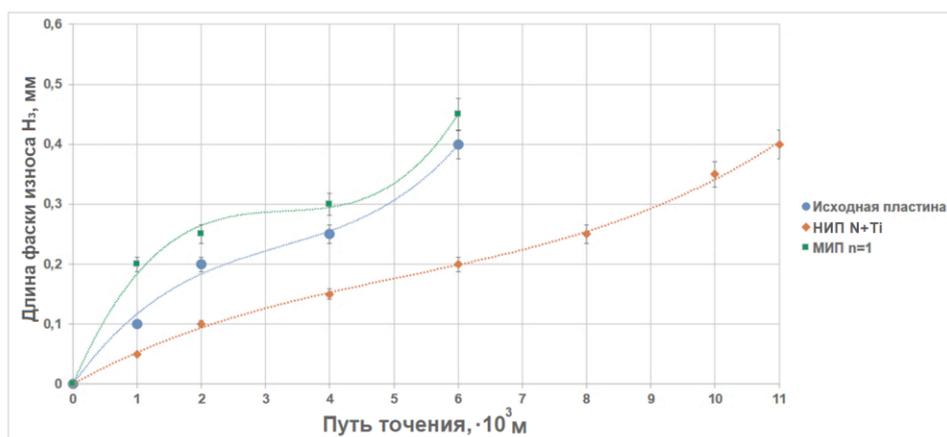


Рисунок 11. Зависимости длин фасок износа по задним поверхностям пластин из БВТС КНТ16 от пути точения в исходном состоянии и после ионно-пучкового воздействия

Испытания при черновом точении стали 40ХН показали изменение характера износа исходных и облученных НИП и МИП пластин из БВТС КНТ16. После проведения эксперимента с условиями: скорость резания $v = 84$ м/мин, продольная подача $S = 0,3$ мм/об., глубина точения $t = 1$ мм, путь 800 м задние поверхности исходных и облученных пластин имели малую длину фаски износа (<0.2 мм). На передней поверхности наблюдался существенный износ для исходных и ряда облученных пластин. Фотографии разрушения передних поверхностей пластин представлены на рисунке 12.

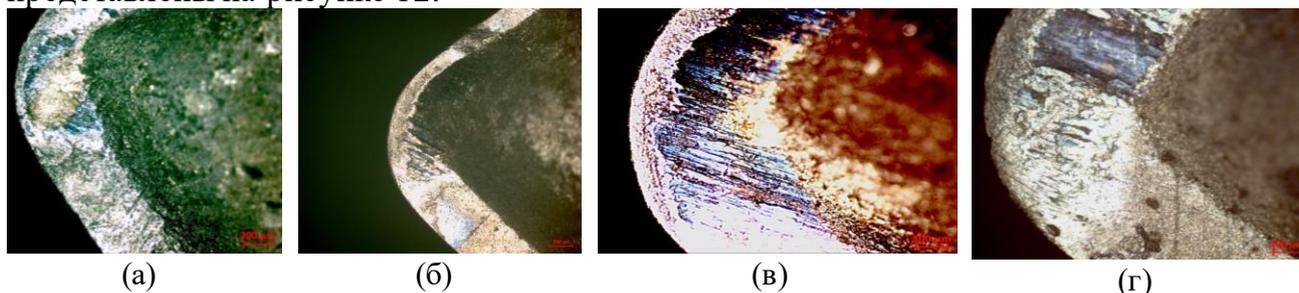


Рисунок 12. Микрофотографии передних поверхностей пластин из БВТС КНТ16 после чернового точения стали 40ХН: (а) – исходная, (б) – НИП, (в) – МИП 1 импульс, (г) – МИП 3 импульса.

Микрофотография исходной пластины (рис. 12а) указывает на то, что в результате токарной обработки на передней поверхности образовалась развитая лунка длиной $\sim 0,3$ мм. Причина её образования связана с адгезионным взаимодействием стружки и инструмента и последующим её сходом вместе с частицами инструмента. Передние поверхности облученных НИП пластин характеризовались существенно меньшим износом (наблюдались лишь мелкие продольные бороздки за стружколомной канавкой). На передних поверхностях пластин, облученных МИП ($n=1$) наблюдались более крупные продольные бороздки. Многократное воздействие МИП приводило к формированию сколов.

Таким образом, в данной главе было установлено, что наиболее целесообразным из исследуемых режимов облучения для повышения износостойкости БВТС С50 при абразивном изнашивании является однократное воздействие МИП. Наибольшее повышение износостойкости пластин из БВТС марки КНТ16 при чистовом и черновом режимах точения стали 40ХН достигается в результате воздействия НИП.

В **заключении** диссертации сформулированы основные результаты и выводы.

1. Проведено исследование изменения морфологии поверхностей БВТС систем «TiC-TiNi» и «TiCN-Ni-Mo», подвергнутых ионно-пучковому воздействию.

Установлено, что однократное воздействие МИП C^+H^+ с энергией частиц $E \sim 250$ кэВ, плотностью ионного тока $j = 150$ А/см² и длительностью импульса ~ 60 нс приводит к плавлению поверхностей исследуемых БВТС. С увеличением числа импульсов облучения до двух, для БВТС системы «TiC-TiNi» и трёх, для БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» происходит образование трещин на поверхностях исследуемых сплавов.

В тоже время, воздействие НИП N^+Ti^+ с энергией ионов $E \approx 20$ кэВ и дозой облучения $\sim 5 \cdot 10^{17}$ ион/см² в результате селективного распыления связующих фаз исследуемых БВТС приводит к формированию более развитого микрорельефа, способствующего выделению зёрен TiC (TiCN) на облученных поверхностях.

2. Методом РФЭС показано, что воздействие МИП приводит к формированию в связующих фазах исследуемых БВТС дополнительных карбидных соединений: в БВТС системы «TiC-TiNi» зафиксировано образование карбидов TiC, а в БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» карбидов MoC. При этом, источником углерода для формирования карбидов является поверхностно-адсорбированный, а также содержащийся в ионном пучке и диффундирующий из карбидных зёрен твердого сплава в связку углерод. Формирование карбидных соединений может происходить по прямой жидкофазной реакции углерода с расплавленными при облучении Ti и Mo, а также по реакциям карботермического восстановления оксидов металлов.

3. Установлено, что воздействие МИП приводит к снижению в ~ 2 раза содержания фазы TiNi₃, а также исчезновению фазы Ti₂Ni₃ и появлению фазы Ti₃Ni₄ в БВТС системы «TiC-TiNi», что обусловлено процессами испарения никеля и сегрегации титана к поверхности БВТС.

4. Определено, что однократное воздействие МИП приводит к повышению износостойкости БВТС системы «TiC-TiNi» при абразивном трении до 3,3 раз, что связано с формированием на его поверхности дополнительных Ti-C соединений, снижением содержания обогащенных никелем фаз и увеличением среднего значения микротвердости на $\sim 27\%$.

5. Установлено, что воздействие НИП приводит к увеличению износостойкости металлорежущих пластин из БВТС системы «TiCN-Ni-Mo» при чистовых режимах точения среднеуглеродистых низколегированных сталей в $\sim 1,5$ раза и в $\sim 1,3$ раза при черновых. Это связано с увеличением содержания азота в карбонитридных зёрнах данного БВТС и повышением среднего значения его микротвердости на $\sim 23\%$.

СПИСОК РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук:

1. Физико-химические свойства и функциональные характеристики безвольфрамового твердого сплава системы “TiC - TiNi”, подвергнутого ионно-лучевой обработке / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, С. Н. Поворознюк [и др.] // Перспективные материалы. – 2023. – № 5. – С. 72-81.

2. Модификация металлорежущих пластин из безвольфрамового твердого сплава КНТ16 мощным ионным пучком / А. М. Бадамшин, В. С. Ковивчак, А. А. Крутько, О. Ю. Бургонова // Ползуновский вестник. – 2023. – № 1. – С. 237-244.

3. Влияние непрерывных ионных пучков на изменение морфологии поверхностных слоёв и эксплуатационных свойств безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16 / А. М. Бадамшин, С. Н. Поворозняк, А. А. Крутько, О. Ю. Бургонова // Вестник Югорского государственного университета. – 2023. – № 2(69). – С. 45-52.

4. Модификация металлорежущих пластин из безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16 непрерывными ионными пучками / А. М. Бадамшин, С. Н. Поворозняк, В. В. Акимов [и др.] // Омский научный вестник. – 2023. – № 1(185). – С. 31-36.

5. Бадамшин, А. М. Исследование морфологии, химического состава и коррозионной стойкости твердого сплава "TiC - NiTi", модифицированного мощным ионным пучком / А. М. Бадамшин, А. О. Лептюк // Омский научный вестник. – 2022. – № 2(182).

6. Изменение структурно-фазового состояния и физико-химических свойств безвольфрамовых твердых сплавов TiC-TiNi после различных видов ионно-лучевой обработки / В. В. Акимов, А. М. Бадамшин, С. Н. Несов [и др.] // Омский научный вестник. – 2021. – № 2(176). – С. 5-9.

7. Влияние ионного облучения на морфологию, элементный и химический состав поверхностных слоев безвольфрамовых твердых сплавов / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, В. С. Ковивчак [и др.] // Письма в Журнал технической физики. – 2021. – Т. 47, № 15. – С. 19-22.

8. Формирование карбида титана в технически чистом титане под действием мощного ионного пучка / А. М. Бадамшин, Д. В. Постников, В. С. Ковивчак, С. Н. Несов // Письма в Журнал технической физики. – 2024. – Т. 50, № 8. – С. 3-7.

Статьи в изданиях, входящих в базу цитирования Scopus:

1. Formation of chemical compounds in the surface layers of titanium under the action of a high-power ion beam of nanosecond duration / S. N. Nesov, V. S. Kovivchak, A. M. Badamshin. – DOI: 10.1016/j.nimb.2022.09.025 // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2022. – Vol. 531 (5). – P. 74–81.

2. Modification of surface layers of tungsten-free hard alloys pulsed ion beam of nanosecond duration / A. M. Badamshin, E. A. Rogachev, S. N. Nesov. – DOI: 10.1063/5.0140303 // AIP Conference Proceedings. – 2023. – Vol. 2784, no. 1. – P. 040007.

3. Effect of ion-beam treatment on the composition and physical and mechanical properties of tungsten-free hard alloys «TiC-NiTi» / A. M. Badamshin, S. N. Nesov, S. N. Povoroznyuk, D. A. Polonyankin, E. A. Rogachev // AIP Conference Proceedings. – 2023. – Vol. 2784, no. 1. – P. 040004.

4. Structure and physical-mechanical properties of tungsten-free hard alloys after various types of ion-beam treatment / A. M. Badamshin, S. N. Nesov, S. N. Povoroznyuk, V. V. Akimov, A. A. Krutko, A. A. Vorobiev. // AIP Conference Proceedings. – 2021. – Vol. 2412. – P. 040004.

Основные публикации в прочих научных изданиях:

1. Морфология, состав и свойства безвольфрамовых твердых сплавов "TiC-TiNi", облученных мощным ионным пучком / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, В. С. Ковивчак [и др.] // Физикохимия поверхности и защита материалов. – 2024. – Т. 60, № 3. – С. 288-297.

2. Модификация безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16 непрерывными ионными пучками / А. М. Бадамшин // Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск: Омский государственный технический университет, 2023. – С. 88-89.

3. Исследование механических характеристик и характера разрушения безвольфрамовых твердых сплавов на основе карбида титана с различными связующими фазами / А. М. Бадамшин, С. Н. Поворознюк, Д. А. Негров [и др.] // Ученые Омска – региону. Омск: Омский государственный технический университет, 2022. – С. 10-12.

4. Влияние мощного ионного пучка на изменение морфологии и химического состояния поверхностных слоёв безвольфрамового твердого сплава марки С50 / А. М. Бадамшин, В. А. Несов // Нанотехнологии. Информация. Радиотехника (НИР-22). Омск: Омский государственный технический университет, 2022. – С. 113-116.

5. Модификация поверхности безвольфрамовых твердых сплавов ТН20 и КНТ16 при воздействии мощного ионного пучка наносекундной длительности / А. М. Бадамшин, А. О. Лептук // Нанотехнологии. Информация. Радиотехника (НИР-22). Омск: Омский государственный технический университет, 2022. – С. 116-120.

6. Влияние ионно-лучевой обработки на состав и физико-механические свойства безвольфрамовых твердых сплавов «TiC-TiNi» / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, С. Н. Поворознюк [и др.] // Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск: Омский государственный технический университет, 2022. – С. 126-128.

7. Модифицирование поверхностных слоёв безвольфрамовых твердых сплавов мощным ионным пучком наносекундной длительности / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, В. В. Акимов [и др.] // Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск: Омский государственный технический университет, 2022. – С. 143-144.

8. Структура и физико-механические свойства безвольфрамовых твердых сплавов после различных видов ионно-лучевой обработки / А. М. Бадамшин, С. Н. Несов, С. Н. Поворознюк [и др.] // Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск: Омский государственный технический университет, 2021.

9. Исследование влияния различных видов ионно-лучевой обработки на физико-механические свойства композиционных материалов TiC-NiTi / А. М. Бадамшин, С. Н. Поворознюк, Д. А. Негров [и др.] // Ученые Омска – региону. Омск: Омский государственный технический университет, 2021. – С. 4-8.

10. Повышение твердости и износостойкости безвольфрамовых твердых сплавов работающих в условиях абразивного износа и динамических нагрузок / В. В. Акимов, А. Р. Путинцева, Е. А. Сутурина, А. М. Бадамшин // Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск: Омский государственный технический университет, 2019.

Печатается в авторской редакции.

Подписано в печать 17.10.2025. Формат 60×84¹/₁₆. Бумага офсетная.

Отпечатано на дупликаторе. Усл. печ. л. 1,25. Уч.-изд. л. 1,25.

Тираж 100 экз. Заказ 353.