ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ
Т. 56, № 1/2 ФИЗИКА 2013

УДК 533.9:539.4.015.2

Ю.Ф. ИВАНОВ, Е.А. ПЕТРИКОВА**, А.Д. ТЕРЕСОВ**, П.В. МОСКВИН**, Е.А. БУДОВСКИХ*, ***, Н.Н. КОВАЛЬ**, Н.В. БИБИК***, Н.Н. ЧЕРЕНДА***, В.В. УГЛОВ****

НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ СИЛУМИНА ЭВТЕКТОИДНОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ[1]

Методами электронной сканирующей и дифракционной просвечивающей микроскопии, рентгеноструктурного анализа, путем определения микротвердости и износостойкости проведены исследования состояния поверхностного слоя силумина эвтектоидного состава, подвергнутого обработке высокоинтенсивным электронным пучком и потоками плазмы. Выявлены режимы электронно-ионно-плазменной обработки, позволяющие формировать в поверхностном слое субмикро- и наноразмерную многофазную структуру, прочностные (микротвердость) характеристики которой кратно превышают соответствующие для исходного материала.

Ключевые слова: *силумин, электровзрывное легирование, электронный пучок, комбинированная обработка, нано-, субмикроструктура.*

Введение

Сплавы на основе алюминия широко используются в автомобильной, авиационной, космической промышленности, что связано с их относительно низкой стоимостью и относительно небольшим удельным весом, высокой технологичностью. Производство изделий из литейных алюминиевых сплавов приходится преимущественно на долю сплавов системы алюминий-кремний (силумины) [1, 2]. Основной недостаток силуминов – сравнительно низкие прочностные и трибологические характеристики. Одним из направлений повышения уровня механических и технологических свойств силуминов является формирование мелкозернистой структуры алюминия и кремния. Высокоэнергетические методы воздействия позволяют кардинальным образом преобразовать состояние материала, формируя субмикро- и наноразмерные многофазные структуры. Целью настоящей работы являлось обнаружение закономерностей формирования наноструктурных состояний силумина, подвергнутого электронно-ионно-плазменной обработке.

Материал и методика эксперимента

Объектом исследований являлись образцы силумина состава: 12,49 % Si, 2,36 % Mg, 0,6 % Cu, 0,35 % Ni, 0,3 % Fe, ост. Al (в ат. %). Использовались образцы в виде цилиндров диаметром 10 мм и толщиной 5 мм. Для наноструктурирования поверхности применяли два вида обработки поверхности: 1) поверхность образцов силумина подвергали воздействию сильноточных электронных пучков на установке «СОЛО», разработанной в Институте сильноточной электроники (ИСЭ СО РАН). Режим облучения: плотность поглощенной энергии пучка электронов 10–25 Дж/см^2; длительность импульса воздействия 50–200 мкс; количество импульсов воздействия 1–200; частота следования импульсов 0,3 с$^{-1}$; среда облучения – аргон при остаточном давлении 0,02 Па; 2) поверхность образцов подвергали электровзрывному легированию (ЭВЛ) на установке ЭВУ 60/10 и последующей обработке высокоинтенсивным импульсным электронным пучком. Параметры электровзрывного боротитанирования: время воздействия 100 мкс; плотность мощности 8,2 ГВт/м^2, давление в ударно-сжатом слое 18,8 МПа, толщина фольги титана 20 мкм. Порошковая навеска бора массой 90 мг размещалась в области взрыва на фольге титана. Перечисленные параметры обеспечивали оплавление поверхностного слоя образца и его насыщение на всю глубину легирующими элементами без разбрызгивания поверхностного слоя образца силумина. После электровзрывного легирования проводили электронно-пучковую обработку. Параметры электронно-пучковой обработки: длительность импульса 150 мкс, число и частота следования импульсов 5 имп. и 0,3 с$^{-1}$, плотность энергии пучка электронов 15, 20, 25 и 30 Дж/см^2. Механические свойства приповерхностного слоя характеризовали путем построения профиля микротвердости, опреде-

[1] Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Программы президиума РАН № 24 и гранта РФФИ (проект № 11-02-12091-офи-м-2011).

ляемой по методу Виккерса на приборе ПМТ-3. Структуру анализировали на сканирующем электронном микроскопе SEM-515 Philips и просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125.

Результаты и их обсуждение

Осуществлена обработка поверхности силумина высокоинтенсивным электронным пучком и выявлено (метод поперечных шлифов) формирование модифицированного слоя толщиной до 30 мкм. Проведены испытания и установлено повышение твердости поверхностного слоя облученных образцов силумина. При оптимальном режиме облучения (20 Дж/см^2; 150 мкс; 3 имп.; 0,3 с$^{-1}$) твердость поверхности облучения увеличивается примерно в 1,5 раза.

Осуществлены электронно-микроскопические (метод сканирующей микроскопии) исследования морфологии поверхности облучения и строения поперечного шлифа образцов силумина, облученных электронным пучком. Выявлено диспергирование элементов структуры поверхностного слоя вплоть до формирования субмикро- и наноразмерного состояния. В объеме материала, прилегающего к границе раздела пластин кремния и алюминия, обнаружено формирование структуры дендритной кристаллизации. Поперечный размер дендритов изменяется в пределах от 30 до 80 нм. Столь малые размеры дендритов обусловлены сверхвысокой скоростью нагрева и охлаждения (10^6–10^7 К/с) поверхностного слоя из температурной области существования жидкой фазы.

Анализ фазового состава и дефектной субструктуры образцов исходного силумина и силумина, подвергнутого электронно-пучковой обработке, осуществляли методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии. Установлено, что в исходном состоянии основными элементами структуры силумина являются зерна твердого раствора на основе алюминия и зерна эвтектики пластинчатого типа, сформированные пластинами кремния и алюминия (рис. 1, *а*). В отдельных случаях по границам пластин эвтектики выявляются наноразмерные (d = 12,3 нм) включения второй фазы округлой формы.

Высокоинтенсивная электронно-пучковая обработка поверхности силумина приводит, как отмечалось выше, к формированию структуры дендритной и ячеистой (рис. 1, *б*) кристаллизации. Объем ячеек является твердым раствором на основе алюминия. При количестве импульсов облучения 1 и 5 в объеме ячеек обнаруживаются наноразмерные выделения второй фазы; по границам ячеек располагаются прослойки кремния (рис. 1, *в*). При 50 импульсах воздействия частицы кремния размерами 20–40 нм наблюдается по границам и в объёме зёрен алюминия (рис. 1, *д*).

Выявлена зависимость параметров структуры поверхностного слоя силумина от числа импульсов воздействия пучка электронов. Установлено, что средние поперечные размеры пластин алюминия уменьшаются от 350 нм (исходное состояние) до 160 нм, а пластин кремния от 170 нм (исходное состояние) до 40 нм при наилучшем режиме воздействия пучка (1 имп; 150 мкс; 20 Дж/см^2; 0,3 с$^{-1}$). Следовательно, электронно-пучковая обработка позволяет сформировать поверхностный слой, размеры структурных элементов которого кратно (пластины алюминия более чем в 2 раза, пластины кремния – более чем в 4 раза) уменьшаются по сравнению с исходным состоянием.

Перспективным методом модификации структуры и свойств металлов и сплавов является легирование поверхностного слоя плазмой электрического взрыва проводящих материалов (электровзрывное легирование) [2–5]. Формирующийся поток плазмы позволяет плавить поверхностный слой толщиной 30–40 мкм, легировать его элементами не только взрываемого проводника, но и частицами порошковой навески, помещаемой на взрываемую фольгу. В настоящей работе для модификации структуры поверхностного слоя использовали комбинированную обработку, включающую в себя электровзрывное легирование (фольга титана с навеской порошка бора) и последующую обработку электронным пучком. Путем построения профиля микротвердости выявлен режим электронно-пучковой обработки (30 Дж/см^2; 150 мкс, 5 имп.; 0,3 с$^{-1}$), позволяющий многократно (до 9,5 раз) увеличить микротвердость поверхности облучения при толщине упрочненного слоя ~100 мкм.

Фазовый состав и состояние дефектной субструктуры поверхностного слоя силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке при плотности энергии пучка электронов 30 Дж/см^2, анализировали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг. Фольги готовили из пластинок, расположенных на глубине ~ 50 мкм (слой жидкофазного легирования), ~ 100 мкм (пограничный слой, разде-

ляющий слой жидкофазного легирования и слой термического влияния) и ~ 150 мкм (слой термического влияния).

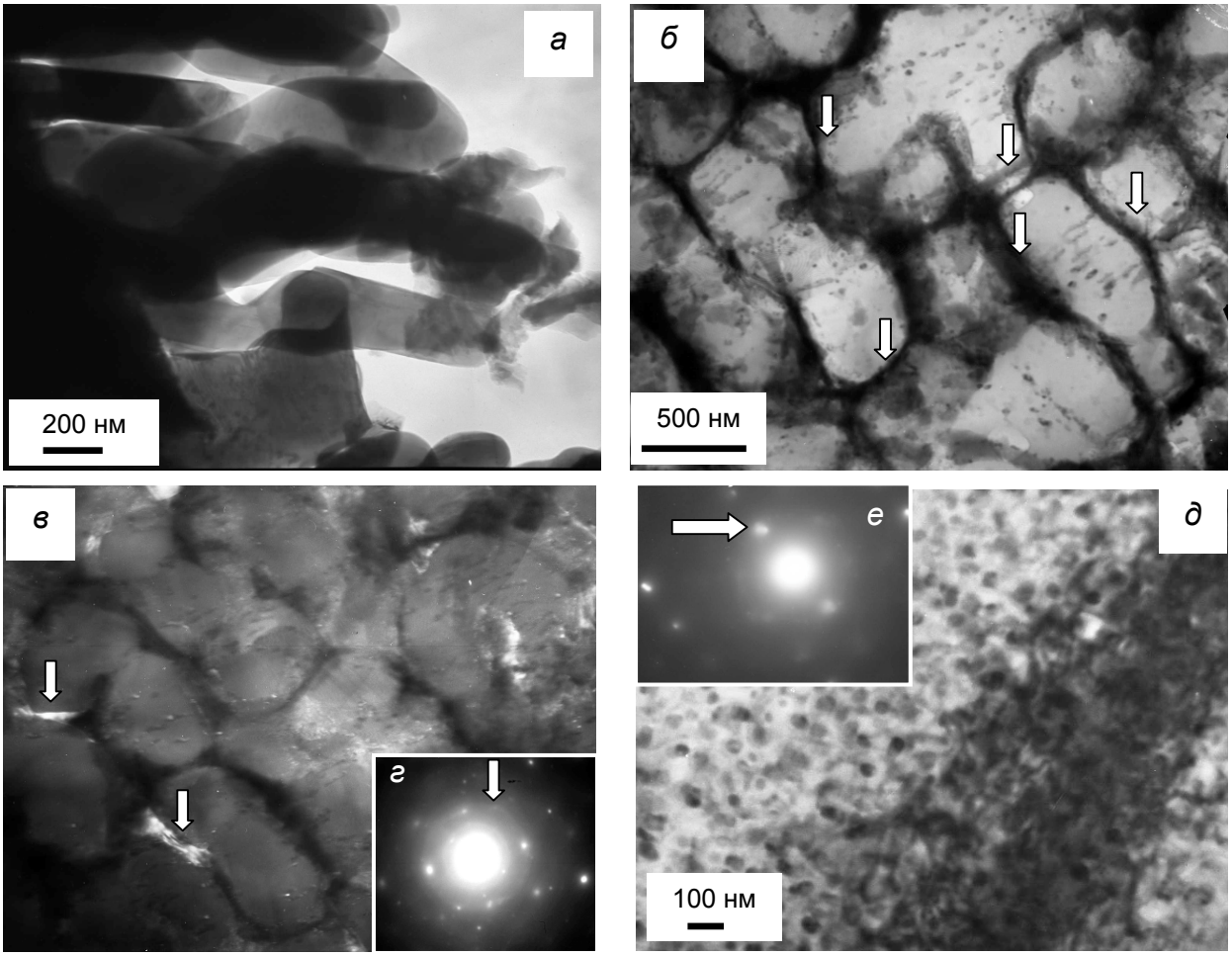

Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина исходного состояния (*а*) и поверхностного слоя образцов, обработанных высокоинтенсивным электронным пучком (*б–д*); *а*, *б*, *д* – светлые поля; *в* – тёмное поле, полученное в рефлексе [220]Si; *г*, *е* – микроэлектронограммы к *в* и *д* соответственно. На *б* и *в* стрелками указаны прослойки кремния, на *г* – рефлекс, в котором получено темное поле *в*, на *е* – рефлекс [111]Si. Режим облучения образцов: *б–г* – 5 имп.; 150 мкс; 20 Дж/см^2; 0,3 с$^{-1}$; *д*, *е* – 50 имп.; 150 мкс; 20 Дж/см^2; 0,3 с$^{-1}$

В результате выполненных исследований установлено, что в слое, расположенном на глубине ~ 150 мкм, основными фазами являются алюминий и кремний. Алюминий имеет несколько морфологических разновидностей. Во-первых, зерна размерами десятки микрометров. В объеме таких зерен наблюдаются хаотически распределенные дислокации. Скалярная плотность дислокаций ~ $3{,}6 \cdot 10^{10}$ см$^{-2}$. Во-вторых, зерна алюминия, содержащие включения кремния глобулярного или пластинчатого типа. Наличие таких включений приводит к формированию на границе раздела фаз Al/Si внутренних полей напряжений, которые проявляются в виде изгибных экстинкционных контуров различной формы, начинающихся на межфазной границе. Вдоль границы раздела фаз в зерне алюминия выявлено формирование фрагментированной субструктуры с размером фрагментов 50–80 нм. В-третьих, алюминий формирует прослойки между пластинами кремния (пластинчатая эвтектика Al/Si). Прослойки фрагментированы, размеры фрагментов изменяются в пределах 150–250 нм. Кремний имеет преимущественно пластинчатую форму, значительно реже – осколочную.

В слое, расположенном на глубине ~ 100 мкм, наряду с алюминием и кремнием выявляются слабые рефлексы интерметаллида состава Al_3Ti. Особенностью структуры данного слоя является высокий уровень дефектности алюминия, что выражается в формировании зеренно-субзеренной структуры с размерами кристаллитов 200–350 нм. В объеме зерен наблюдается дислокационная субструктура в виде хаотически распределенных дислокаций. Скалярная плотность дислокаций

$\sim 4{,}2 \cdot 10^{10}$ см$^{-2}$. Кремний в структуре данного слоя имеет преимущественно пластинчатую форму и по состоянию дефектной субструктуры подобен пластинам кремния слоя, расположенного на глубине ~ 150 мкм.

В слое, расположенном на глубине ~ 50 мкм, наряду с алюминием и кремнием выявляются рефлексы фаз Al_3Ti и TiSi. Частицы данных фаз имеют округлую форму; размеры частиц изменяются в пределах 10–25 нм (рис. 2, *а*). Существенным образом в данном слое преобразуется структура зерен алюминия – преобладают зерна, имеющие субзеренную структуру, размеры субзерен изменяются в пределах 80–100 нм (рис. 2, *б*).

Таким образом, выполненные электронно-микроскопические исследования показывают, что по мере приближения к поверхности электронно-пучковой обработки существенным образом (до субмикронных величин) снижаются размеры кристаллитов алюминия и кремния, а также выявляются наноразмерные включения дополнительных фаз, располагающихся в объеме и на границах зерен алюминия, а также на межфазных границах алюминий/кремний. Образование этих фаз способствует упрочнению материала, повышению микротвёрдости поверхностного слоя.

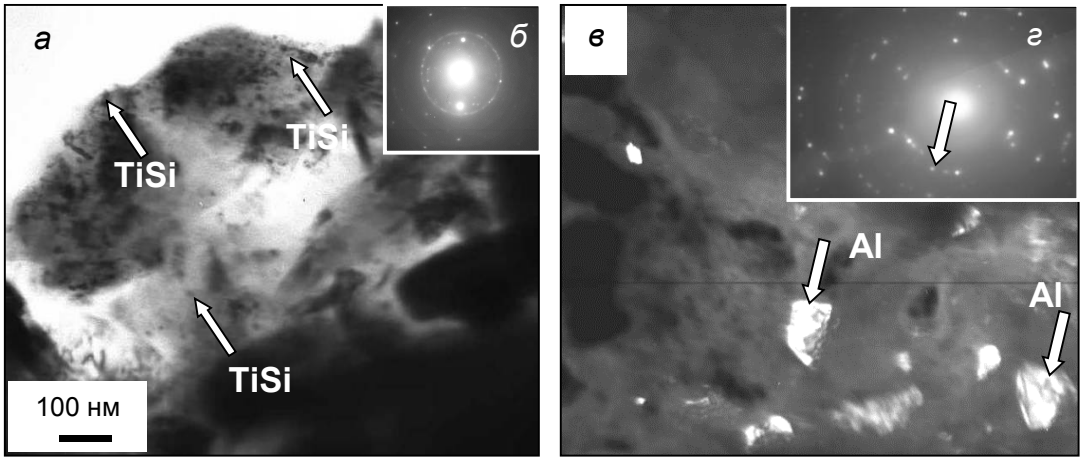

Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке. Слой, расположенный на глубине 50 мкм; *а* – светлое поле; *б*, *г* – микроэлектронограммы; *в* – темное поле, полученное в рефлексе [002]Al. Стрелками указано: на *а* – частицы TiSi, на *г* – рефлекс, в котором получено темное поле

Заключение

Осуществлена обработка, выполнены исследования фазового состава и дефектной субструктуры, проведен анализ микротвердости поверхностного слоя силумина эвтектоидного состава, модифицированного высокоинтенсивным электронным пучком. Выявлен режим обработки поверхности силумина высокоинтенсивным электронным пучком, позволяющий повысить микротвердость поверхностного слоя в ~1,5 раза вследствие измельчения структуры алюминия примерно в 2 раза и пластин кремния примерно в 3–4 раза. Осуществлена комбинированная обработка, сочетающая легирование поверхностного слоя силумина плазмой электрического взрыва фольги титана с навеской порошка бора и последующее облучение пучком электронов. Выявлен режим комбинированной обработки, позволяющий увеличить микротвердость силумина примерно в 9,5 раз при толщине упрочненного слоя ~ 100 мкм. Показано, что упрочнение поверхностного слоя обусловлено формированием зеренно-субзёренной структуры алюминия с размером кристаллитов ~ 80–100 нм, а также выделением наноразмерных частицы вторых фаз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Поршневые силумины: учеб. пособие. Колл. авторов / под науч. ред. В.К. Афанасьева. – Кемерово: Полиграф, 2005. – 161 с.
2. Белов Н. А., Савченко С.В., Хван А.В. Фазовый состав и структура силуминов. – М.: МИСИС, 2008. – 282 с.
3. Багаутдинов А.Я., Будовских Е.А., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е. Физические основы электровзрывного легирования металлов и сплавов. – Новокузнецк: СибГИУ, 2007. – 301 с.

4. Иванов Ю.Ф., Карпий С.В., Морозов М.М. и др. Структура, фазовый состав и свойства титана после электровзрывного легирования и электронно-пучковой обработки. – Новокузнецк: Изд-во НПК, 2010. – 173 с.
5. Иванов Ю.Ф., Ласковнев А.П., Черенда Н.Н. и др. // Доклады IV Всерос. конф. «Взаимодействие высококонцентрированных потоков энергии с материалами в перспективных технологиях и медицине». – Новосибирск, 2011. – С. 115–119.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия
**Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, Россия
***Белорусский государственный университет, г. Минск, Республика Беларусь
****Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Россия
E-mail: yufi55@mail.ru

Поступила в редакцию 15.01.13.

Иванов Юрий Федорович, д.ф.-м.н., профессор каф. наноматериалов и нанотехнологий, ведущ. науч. сотр.;
Петрикова Елизавета Алексеевна, аспирантка;
Тересов Антон Дмитриевич, мл. науч. сотр.;
Москвин Павел Владимирович, аспирант;
Будовских Евгений Александрович, д.т.н., профессор, профессор каф. физики;
Коваль Николай Николаевич, д.т.н., профессор каф. сильноточной электроники, зам. директора по научной работе;
Бибик Наталья Васильевна, аспирантка;
Черенда Николай Николаевич, к.ф.-м.н., доцент;
Углов Владимир Васильевич, д.ф.-м.н., профессор.