

ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ В ЗАЭВТЕКТИЧЕСКИХ СИЛУМИНАХ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Е.А. Петрикова¹⁾, Ю.Ф. Иванов¹⁾, А.Д. Тересов¹⁾, В.И. Шиманский²⁾

¹⁾Институт сильноточной электроники СО РАН,

пр. Академический 2/3, 634055 Томск, Россия

²⁾Белорусский государственный университет,

пр. Независимости 4, 220030 Минск, Беларусь,

elizmarkova@yahoo.com, yufi55@mail.ru, tad514@yandex.ru, shymaniskiv@mail.ru

Целью работы являлось получение фундаментальных знаний о закономерностях формирования структурно-фазового состояния заэвтектического силумина, подвергнутого комплексной электронно-ионно-плазменной обработке, сочетающей нанесение пленки ZrTiCu толщиной 0.5 мкм с последующим облучением высокоинтенсивным импульсным электронным пучком. Материал исследования - силумин заэвтектического состава с содержанием кремния (22-24) вес.%. Модификация структурно-фазового состояния и свойств поверхностного слоя силумина осуществлялась методом «поверхностного легирования», реализуемого в едином вакуумном цикле при формировании системы «пленка/подложка» путем электродугового плазменно ассистированного распыления двух катодов состава Zr и Ti-12% Cu, с последующим облучением интенсивным импульсным электронным пучком на установке «КОМПЛЕКС» (ИСЭ СО РАН). Облучение системы «пленка/подложка» интенсивным импульсным электронным пучком позволило сформировать, вследствие сверхвысоких скоростей кристаллизации и последующего охлаждения (10^5 - 10^6 К/с), тонкий поверхностный слой с субмикро- наноразмерной многоэлементной многофазной структурой, обладающий высокими значениями микротвердости и износостойкости.

Ключевые слова: заэвтектический силумин; плазма; импульсный электронный пучок; система «пленка / подложка»; легирование; структура; свойства.

FORMATION OF HIGH-STRENGTH NEAR-SURFACE LAYERS IN HYPEREUTECTIC SILUMIN ALLOYS UNDER ELECTRON-ION-PLASMA TREATMENT

Elizaveta Petrikova¹⁾, Yurii Ivanov¹⁾, Anton Teresov¹⁾, Vitalii Shymanskii²⁾

Institute of High Current Electronics, SB RAS, 2/3 Akademicheskoy Ave., 634055 Tomsk, Russia

Belarusian State University, 4 Nezavisimosti Ave., 220030 Minsk, Belarus,

elizmarkova@yahoo.com, yufi55@mail.ru, tad514@yandex.ru, shymaniskiv@mail.ru

Obtaining of fundamental knowledge about the formation regularities of structural-phase state of hypereutectic silumin subjected to complex electron-ion-plasma treatment, combines the deposition of a ZrTiCu film with a thickness of 0.5 μm followed by irradiation with a high-intensity pulsed electron beam is the aim of this work. Material under study is hypereutectic composition silumin with silicon content of (22-24) wt.%. The structural-phase state and properties modification of the silumin surface layer was carried out by the method of "surface alloying", implemented in a single vacuum cycle during the formation of the "film / substrate" system by electric arc plasma-assisted sputtering of two cathodes of the Zr and Ti-12% Cu composition, followed by intense pulsed electron beam treatment at the "COMPLEX" setup (HCEI SB RAS). The "film / substrate" system irradiation with an intense pulsed electron beam made it possible to form, due to ultrahigh crystallization rates and subsequent cooling (10^5 - 10^6 K / s), a thin surface layer with a submicro-nanoscale multi-element multi-phase structure with high values of microhardness and wear resistance.

Keywords: hypereutectic silumin; plasma; pulsed electron beam; «substrate-film» system; alloying, structure; properties.

Введение

Силумины широко применяются в промышленности, однако, в значительной

мере для материалов, работающих в условиях трения, особое значение приобретают физические и прочностные характери-

стики поверхностного слоя. Общим недостатком всех известных подходов упрочнения поверхности является повышенная хрупкость модифицированного поверхностного слоя, что является причиной интенсивного разрушения упрочненной поверхности, приводящего к образованию глубинных трещин, существенно ускоряющих процесс разрушения основного материала. Принципиально важным критерием формирования модифицированного поверхностного слоя является отсутствие резкого раздела между наноструктурированным слоем и основным объемом материала, что позволяет обеспечивать демпфирующие свойства наноструктурированного слоя по отношению к основному объему при внешних воздействиях, предотвращая преждевременное зарождение и распространение с поверхности в объем материала хрупких микротрещин.

Облучение силюмина интенсивным импульсным электронным пучком, как показали ранее выполненные исследования, позволяет путем многократного плавления поверхностного (толщиной в сотни микрометров) слоя образца сформировать плотный (беспористый) поверхностный слой, имеющий субмикро- наноразмерную структуру, обладающую вследствие этого повышенными служебными характеристиками [1]. Дополнительное легирование материала, осуществляемое путем напыления тонкой пленки и облучения интенсивным импульсным электронным пучком, проводимое в едином вакуумном цикле, предоставляет возможность сформировать в поверхностном слое высокоплотную многофазную многоэлементную, субмикро- наноразмерную структуру, упрочненную наноразмерными включениями вторых фаз (силициды, алюминиды, интерметаллиды) [1]. Последнее является дополнительным механизмом повышения служебных характеристик материала.

Анализ научной литературы о проведенных экспериментах показывает, что существует реальная возможность элек-

тронно-пучкового упрочнения алюминиевых сплавов. Показано, что, изменяя параметры обработки поверхности, можно управлять характеристиками легированного слоя: размерами частиц вторых фаз и концентрацией легирующих элементов, размерами зерен матрицы и дефектной субструктурой, механическими (микротвердость), трибологическими (износостойкость, коэффициент трения) и многими другими свойствами материала [2-7].

В настоящей работе анализируются экспериментальные результаты, полученные при исследовании фазового состава, дефектной субструктуры, трибологических и механических свойств поверхностного слоя силюмина заэвтектического состава, подвергнутого комплексной электронно-ионно-плазменной обработке, сочетающей нанесение пленки ZrTiCu (толщина пленки 0.5 мкм) с последующим облучением высокоинтенсивным импульсным электронным пучком.

Материалы и методы исследования

Образцы сплава Al-(22-24)% Si, являющегося объектом исследования, имели форму пластинок размерами 15x15x5 мм. Комплексную обработку поверхности образцов осуществляли на установке «КОМПЛЕКС», позволяющей генерировать электронные пучки в импульсном режиме, обладающие следующими характеристиками: энергия ускоренных электронов до $U = 25$ кэВ, плотность энергии пучка электронов до $E_s = 80$ Дж/см², длительность импульса пучка электронов $\tau = (30-200)$ мкс, частота следования импульсов до $f = 15$ с⁻¹, остаточное давление рабочего газа (аргон, азот) в камере (0,02-0,03) Па, осуществлять напыление тонких пленок различного элементного состава, проводить насыщение поверхностного слоя материала ионами азота, кислорода, бора, углерода. Пленки элементного состава ZrTiCu наносили с вариацией по составу циркония: Zr-50%, (Ti-12%Cu)-50% (режим 1), Zr-70%, (Ti-12%Cu)-30% (режим 2). Обработку образцов силюмина и

системы «пленка / подложка» осуществляли электронным пучком с параметрами 18 кэВ, (10-40) Дж/см², 200 мкс, 3 имп., 0.3 с⁻¹, давление рабочего газа (аргон) 0.02 Па. Исследования структуры и элементного состава силумина осуществляли методом сканирующей электронной микроскопии. Фазовый состав изучали методами рентгенофазового анализа. Исследования проводили на дифрактометре XRD-6000 на CuK_α-излучении. Анализ фазового состава выполняли с использованием баз данных PDF 4+, а также программы полнопрофильного анализа POWDER CELL 2.4. Свойства поверхностного слоя характеризовали микротвердостью (прибор ПМТ-3, нагрузка на индентор 0.5 Н) и износостойкостью. Трибологические испытания образцов силумина осуществляли в условиях сухого трения по схеме «диск – штифт» на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из твердого сплава ВК8 диаметром 6 мм, диаметр трека составлял 4 мм, скорость вращения – 2.5 см/с, нагрузка 5 Н, дистанция до остановки 200 м. Износостойкость поверхностного слоя рассчитывали после профилометрии образовавшегося трека.

Результаты и их обсуждение

Методами сканирующей электронной микроскопии исследована морфология поверхности, формирующейся в результате высокоскоростного охлаждения системы «пленка (Zr-50%-TiCu 50%) / (силумин) подложка» (режим 1) и «пленка (Zr-70%-TiCu 30%) / (силумин) подложка» (режим 2), обработанной импульсным электронным пучком. Видно, что в режиме (1) идет более интенсивное плавление поверхностного слоя образцов (рис. 1а), в то время как в режиме (2) наблюдается лишь частичное разрушение покрытия (рис. 1б). Это очевидно связано с более высокой температурой плавления циркония. В режимах с плотностями энергии (25-40 Дж/см²) фиксируется полное плав-

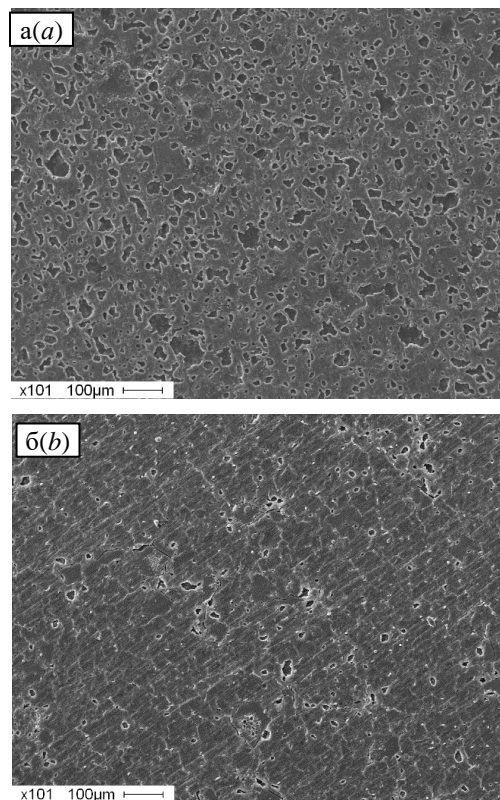


Рис. 1. Структура заэвтектического силумина после облучения импульсным электронным пучком (10 Дж/см², 200 мкс, 3 имп.) (а – режим напыления 1; б – режим напыления 2). Сканирующая электронная микроскопия
Fig. 1. Structure of hypereutectic silumin after irradiation with a pulsed electron beam (10 J / cm², 200 μs, 3 pulses) (a - deposition mode 1, b - deposition mode 2). Scanning electron microscopy

ление системы ZrTiCu-AlSi в обоих случаях (в покрытиях с большим и меньшим содержанием циркония). При плотности энергии пучка электронов 25 и 40 Дж/см² происходит выглаживание поверхности образцов и формирование структуры высокоскоростной ячеистой кристаллизации (рис. 2а, б).

Исследования, выполненные методами микрорентгеноспектрального анализа, показали, что по мере увеличения плотности энергии пучка электронов в поверхностном слое возрастает концентрация алюминия и снижается концентрация циркония и титана, что свидетельствует о перемешивании системы «пленка-подложка».

Исследования фазового состава системы «покрытие/подложка» проводили методами рентгеноструктурного анализа

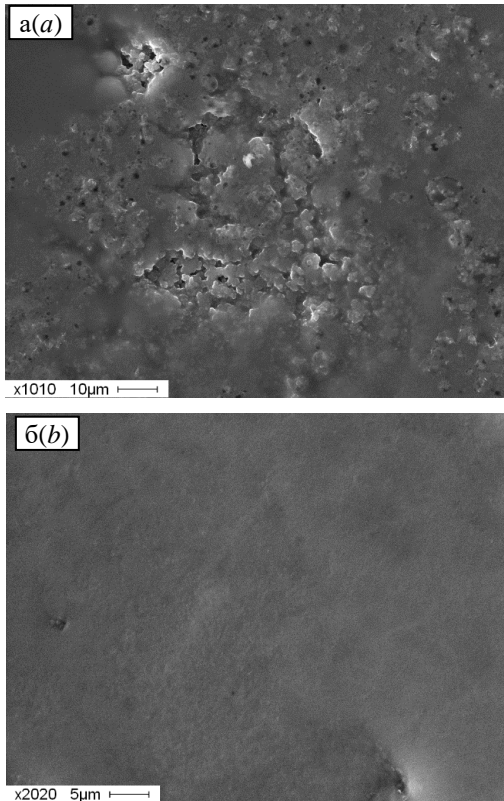


Рис. 2. Структура заэвтектического силумина после облучения импульсным электронным пучком (25 Дж/см², 200 мкс, 3 имп.) (а), (40 Дж/см², 200 мкс, 3 имп.) (б)

Fig. 2. Structure of hypereutectic silumin after irradiation with a pulsed electron beam (25 J / cm², 200 μs, 3 pulses) (a), (40 J / cm², 200 μs, 3 pulses) (b)

(дифрактометр XRD 6000). Рентгенофазовый анализ образцов системы «пленка (ZrTiCu) / (силумин) подложка» до обработки импульсным электронным пучком выявил следующие различия в состоянии пленки после напыления по режимам (1) и (2). А именно, при напылении пленки соответственно режиму (1) цирконий присутствует в двух кристаллических модификациях (ГПУ и ОЦК), в то время как при напылении пленки в режиме (2) наблюдается только ГПУ модификация циркония (рис. 3). Дифракционные максимумы слабой интенсивности, присутствующие на полученных рентгенограммах, могут быть отнесены к фазам на основе примесных элементов, характерных для исследуемого силумина. Согласно, такими фазами могут быть: Mg₂Si, Al₇Cu₄Ni, Al₈Si₆Mg₃Fe.

Установлено, что обработка силумина

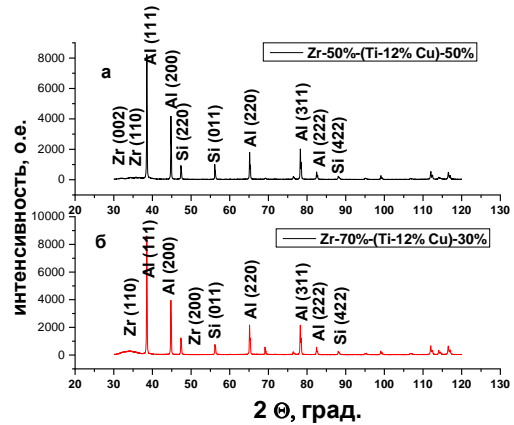


Рис. 3. Рентгенограмма системы сплав Al-Si (22-24) % Si (подложка) / ZrTiCu (пленка), а – режим напыления 1, б – режим напыления 2

Fig. 3. X-ray diffraction pattern of the Al-Si (22-24) % Si alloy (substrate) / ZrTiCu (film) system, a - deposition mode 1, b - deposition mode 2

сопровождается формированием материала, твердость которого плавно снижается по мере удаления от поверхности образца. Анализируя результаты, представленные на рис. 4, можно отметить, что максимального значения (2.1 ГПа) величина твердости силумина достигает на поверхности образца, обработанного импульсным электронным пучком в режиме 10 Дж/см², 200 мкс, 3 имп. Учитывая, что в исходном состоянии микротвердость силумина составляет ~1.0 ГПа, можно констатировать, что электронно-пучковая обработка системы «пленка (ZrTiCu) / (силумин) подложка» приводит к увеличению твердости материала в ~2.0 раза.

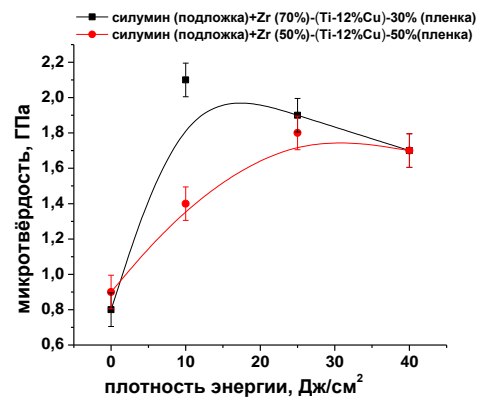


Рис. 4. Зависимость микротвердости модифицированного слоя силумина от плотности энергии пучка электронов

Fig. 4. Dependence of the value of microhardness on the mode of irradiation of the silumin with an electron beam

Выполнен анализ трибологических (износостойкость, коэффициент трения) свойств поверхностного слоя силумина, обработанного импульсным высокоинтенсивным электронным пучком (рис. 5). Показано, что в режиме облучения 10 Дж/см²; 200 мкс; 3 имп.; 0.3 Гц скорость изнашивания уменьшается силумина в ~4.0 раза; коэффициент трения снижается в ~1.3 раза.

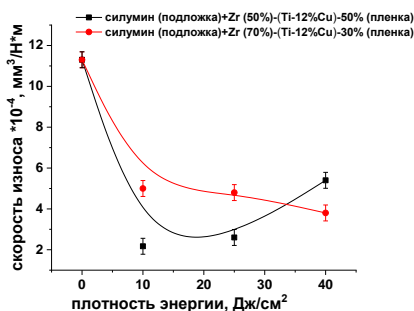


Рис. 5. Зависимость скорости износа модифицированного слоя силумина от плотности энергии пучка электронов

Fig. 5. Dependence of the wear rate of the modified silumin layer on the energy density of the electron beam

Заключение

Методами СЭМ и рентгеноструктурного анализа, путем определения механических и трибологических свойств проведены исследования системы «пленка (ZrTiCu) / (силумин) подложка», сформированной на силумине заэвтектического состава (Al-(22-24)%Si) электронно-ионно-плазменным методом на установке «КОМПЛЕКС» (ИСЭ СО РАН). Выявлен оптимальный режим модифицирования. Установлено, что комплексное модифицирование силумина, сочетающее электродуговое плазменно ассистированное напыление металлической многокомпонентной пленки двух составов (Zr-50%, (Ti-12%Cu)-50%) и (Zr-70%, (Ti-12%Cu)-30%), с последующим облучением интенсивным импульсным электронным пучком приводит к увеличению микротвердости материала в ~2.0 раза, а износостойкости ~4.0 раза; снижению коэффициента трения в ~1.3 раза.

Работа выполнена при финансовой под-

держке гранта РФФИ (проект №19-52-04009).

Библиографические ссылки

1. Koval N.N. and Ivanov Yu.F. Complex electron-ion-plasma processing of aluminum surface in a single vacuum cycle. *Russian Physics Journal* 2019; 62: 1161-1170.
2. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. Москва: МИСиС; 2010. 511 с.
3. Makhloufe M.M., Guthy H.V. The aluminum-silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. *J. of Light Metals* 2001; 1(4): 199-218.
4. Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / под общ. ред. Н.Н. Ковалю и Ю.Ф. Иванова. Томск: Изд-во НТЛ; 2016. 312 с.
5. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. М: Metallurgiya; 1979. 640 с.
6. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. Москва: МИСиС; 2010. 511 с.
7. Makhloufe M.M., Guthy H.V. The aluminum-silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. *Journal of Light Metals* 2001; 1(4): 199-218.

References

1. Koval N.N. and Ivanov Yu.F. Complex electron-ion-plasma processing of aluminum surface in a single vacuum cycle. *Russian Physics Journal* 2019; 62: 1161-1170.
2. Belov N.A. Fazovyy sostav promyshlennykh i perspektivnykh alyuminiyevykh spлавov. [Phase composition of industrial and advanced aluminum alloys]. Moskva: MISiS; 2010. 511 p. (In Russian).
3. Makhloufe M.M., Guthy H.V. The aluminum-silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. *Journal of Light Metals* 2001; 1(4): 199-218.
4. Elektronno-ionno-plazmennaya modifikatsiya poverkhnosti tsvetnykh metallov i spлавov [Electron-ion-plasma modification of the surface of non-ferrous metals and alloys] / pod obshch. red. N.N. Kovalya i YU.F. Ivanova. Tomsk: Izd-vo NTL; 2016. 312 p.
5. Mondol'fo L.F. Struktura i svoystva alyuminiyevykh spлавov. [Structure and properties of aluminum alloys]. Moskva: Metallurgiya; 1979. 640 p. (In Russian).
6. Belov N.A. Fazovyy sostav promyshlennykh i perspektivnykh alyuminiyevykh spлавov. [Phase composition of industrial and advanced aluminum alloys]. Moskva: MISiS; 2010. 511 p. (In Russian).
7. Makhloufe M.M., Guthy H.V. The aluminum-silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. *J. of Light Metals* 2001; 1(4): 199-218.