УДК 669.2/8.018.58

ВЛИЯНИЕ ПЛОТНОСТИ ЭНЕРГИИ ПУЧКА ЭЛЕКТРОНОВ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ДОЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА

© 2019 г. Д. В. Загуляев^{1, *}, Ю. Ф. Иванов², А. М. Глезер³, В. Е. Громов¹, С. В. Коновалов⁴

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Сибирский государственный индустриальный университет", Новокузнецк, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

 $^{3}\Phi$ едеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования

"Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия

⁴Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева", Самара, Россия

Самарский пационалоной исслеоовителоский упаверситет имени икиоемики С.П. Королеви , Симари, Госсия *E-mail: zagulyaev dv@physics.sibsiu.ru

> Поступила в редакцию 10.01.2019 г. После доработки 13.05.2019 г. Принята к публикации 27.06.2019 г.

Методами современного физического материаловедения исследованы структурно-фазовые состояния и механические свойства доэвтектического силумина подвергнутого электронно-пучковой обработке с плотностью энергии 10–35 Дж/см². Обработка силумина электронным пучком с плотностью энергии 25 Дж/см² приводит к формированию ячеистой структуры в слое толщиной до 40 мкм. По-видимому, увеличение твердости поверхностного слоя силумина обусловлено формированием структуры высокоскоростной ячеистой кристаллизации субмикронных размеров с разложенными по границам ячеек наноразмерными прослойками второй фазы.

DOI: 10.1134/S0367676519100296

введение

В последнее время активно ведутся поиски новых способов модификации свойств металлических материалов путем изменения структурно-фазового состояния поверхностных слоев. Основной причиной столь активного поиска является необходимость создания конструкционных материалов с уникальными физическими и механическими характеристиками, недостижимыми при традиционных способах термомеханической и химикотермической обработки. В качестве вектора развития данной области можно отметить обработку материалов мощным лазерным излучением [1, 2], высокоинтенсивными электронными [3-7] и ионными пучками [8, 9], плазменными потоками и струями [10-13], высокодозную ионную имплантацию [14, 15], электронно-лучевую наплавку [16–18], которые приводят к формированию в рабочем слое материала "вторичной структуры" с улучшенными технологическими свойствами.

Особого внимания заслуживает обработка материалов высокоинтенсивными электронными пучками, обеспечивающая режим контролируемого сверхвысокоскоростного нагрева и охлаждения поверхностного слоя, что приводит к формированию в металлах и сплавах наноразмерных структурно-фазовых состояний с улучшенными (по сравнению с обычными) физико-механическими характеристиками. В качестве преимуществ электронно-пучковой обработки перед лазерным, плазменным и ионным видами воздействия можно отметить возможность точного контроля и регулирования количества подводимой энергии, локальность воздействия и высокий коэффициент полезного действия [4, 5].

Рассмотренные технологии особенно эффективны когда необходимо улучшить технологические характеристики легких сплавов, предназначенных для работы в режимах трения скольжения, где нет необходимости использования объемноупрочненных материалов, а достаточно модифицировать поверхностные слои. В качестве перспективных материалов следует указать силумины, которые ввиду низкой стоимости, высоких литейных свойств, коррозионной стойкости, низкого коэффициента термического расширения нашли широ-

№ пробы	Массовая доля элементов, %								
	Al	Si	Cu	Ni	Mg	Fe	Ti	Fe	Cr
1	84.85	10.78	2.19	0.96	0.42	0.25	0.048	0.25	0.004
2	84.48	11.28	2.17	0.90	0.67	0.25	0.047	0.25	0.005
3	84.49	11.30	2.20	0.91	0.66	0.25	0.046	0.25	0.003
Среднее	84.61	11.12	2.19	0.92	0.58	0.25	0.05	0.25	0.004

Таблица 1. Результаты рентгеноспектрального анализа

кое применение при производстве самых разных деталей, начиная от компонентов бытовой техники и заканчивая узлами, применяемыми в авто-, двигателе- и самолетостроении. Однако в связи со структурными особенностями литых силуминов их прочностные свойства не высоки. Без специальной обработки расплава в готовых отливках частицы кремния в эвтектике силумина имеют грубую пластинчатую форму, что значительно снижает механические свойства сплава [19]. Эти свойства также ухудшаются из-за избыточной концентрации легирующих элементов (Сu, Mg, Ni) и примеси (Fe), присутствие которых приводит к охрупчиванию материала вследствие образования интерметаллидов [20, 21].

Целью настоящей работы является анализ изменения механических свойств, структуры и элементного состава поверхностных слоев доэвтектического силумина, подвергнутого облучению интенсивным и импульсными электронными пучками с разной плотностью энергии.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований был использован силумин марки AK10M2H, химический состав которого, определенный методами рентгеноспектрального анализа, приведен в табл. 1.

Образцы для исследований представляли собой пластинки с размерами 20 × 20 × 10 мм³. Большую по площади плоскость образцов ориентировали по нормали к электронному пучку. Модифицирование поверхности электронным пучком производили с помощью установки "СОЛО" [22] по 6 режимам, различающимся плотностью энергии пучка электронов (табл. 2) со следующими параметрами: энергия ускоренных электронов – 17 кэВ, длительность импульса пучка электронов – 150 мкс, количество импульсов – 3, частота следования импульсов – 0.3 с⁻¹, давление остаточного газа (аргон) в рабочей камере установки — 2 \cdot 10^{-2} Па.

Металлографический анализ был выполнен с помощью оптического микроскопа Olympus GX-51. Анализ элементного и фазового состава. дефектной субструктуры модифицированного слоя осуществляли методами сканирующей электронной микроскопии на приборе SEM-515 Philips, оснащенном микроанализатором EDAX ECON IV и аналитическом сканирующем электронном микроскопе с большой камерой и увеличенным моторизованным столиком TESCAN VEGA SB. Дефектную структуру образцов анализировали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг (прибор JEM-2100F, JEOL). Определение химического состава осуществляли с помощью энергодисперсионного детектора для микрорентгеноспектрального анализа INCAx-act. Элементный анализ отдельных фаз проводили методом электронно-зондовой микроскопии, который позволяет исследовать наличие, содержание и распределения элементов таблицы Менделеева. Качественные и количественные характеристики различных фаз, их содержание, дисперсность, структуру и химический состав, определяли методом рентгенофазового анализа на дифрактометре XRD-7000s (Shimadzu, Япония).

В качестве характеристики механических свойств поверхностных слоев в работе использовали параметр микротвердости, измерение которого проводили с помощью микротвердомера HVS-1000 в соответствии с требованиями ГОСТ 9450-76 "Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников" [23, 24].

Таблица 2. Режимы облучения образцов силумина высокоинтенсивным импульсным электронным пучком

№ режима	1	2	3	4	5	6
Плотность энергии <i>E_s</i> , Дж/см ²	10	15	20	25	30	35

ИЗВЕСТИЯ РАН. СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ том 83 № 10 2019



Рис. 1. Структура силумина, выявленная методами оптической (*a*) и сканирующей электронной (*б*) микроскопий травленого шлифа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Характерные изображения структуры травленого шлифа силумина, полученные методами оптической микроскопии и сканирующей электронной микроскопии, представлены на рис. 1. По результатам металлографического анализа можно заключить, что рассматриваемый материал преимущественно состоит из зерен алюминия и эвтектики. Прецизионные исследования с использованием сканирующего электронного микроскопа, особенно при сравнительно больших увеличениях (рис. 1*б*) показывают, что выделения вторых фаз имеют разнообразную форму.

Микрорентгеноспектральный анализ позволяет провести исследования элементного состава локального включения. На рис. 16 представлены области, из которых отбирались пробы для анализа элементного состава. Результаты исследования отображены в табл. 3. Анализ представленных в

Таблица 3. Результаты микрорентгеноспектрального анализа участка поверхности силумина AK10M2H, электронно-микроскопическое изображение которого представлено на рис. 16. Результаты представлены в вес. %

Область	Si	Ni	Cu	Fe	Mn
1	0.6	13.5	13.3	0.0	0.0
2	8.7	0.3	2.2	0.0	0.0
3	1.7	11.8	14.0	0.0	0.0
4	0.5	0.2	1.3	0.0	0.0
5	22.5	1.1	1.6	1.2	0.0
6	2.3	17.2	5.2	2.7	0.6

таблице данных говорит о том, что легирующие элементы сплава распределены в материале весьма неоднородно, формируя соединения, различающиеся размерами, уровнем контраста, морфологией и элементным составом. Таким образом, можно констатировать, что исследуемый силумин в состоянии поставки является многофазным агрегатом с морфологически разнообразной структурой.

Облучение силумина электронным пучком независимо от плотности энергии пучка электронов сопровождается плавлением и гомогенизацией поверхностного слоя материала. Характерные микрофотографии, полученные на поперечном шлифе силумина для разных режимов обработки, представлены на рис. 2. Толщина проплавленного в глубь материала слоя увеличивается с увеличением плотности пучка электронов и составляет: 24 мкм – для плотности энергии 10 Дж/см², 38 мкм – для 15 Дж/см², 42 мкм – для 20 Дж/см², 61 мкм – для 25 Дж/см², 66 мкм – для 30 Дж/см² и 100 мкм – для 35 Дж/см².

Зависимость микротвердости поверхности силумина от плотности энергии пучка электронов представлена на рис. За. Видно, что увеличение плотности энергии приводит к монотонному возрастанию значения микротвердости поверхности облучения. Максимальное увеличение значения микротвердости наблюдается при плотности энергии пучка электронов 30 Дж/см². Дальнейшее увеличение плотности энергии до 35 Дж/см² приводит к незначительному снижению значения микротвердости.

Поскольку максимальные значения микротвердости поверхности наблюдаются для значений 25, 30 и 35 Дж/см², нами были выполнены исследования распределения профиля микротвердости в зависимости от расстояния до поверхности облучения с использованием поперечных шлифов. Ре-



Рис. 2. Микрофотографии структуры поперечного шлифа силумина, подвергнутого облучению интенсивным импульсным электронным пучком с разной плотностью энергии (a - 10, $\delta - 15$, e - 20, e - 25, $\partial - 30$, e - 35 Дж/см²).

зультаты измерений показаны на рис. З б. Видно, что значение микротвердости снижается по мере продвижения в объем материала и на глубине 90 мкм (0.93 ± 0.052 ГПа – для 25 Дж/см², 0.97 ± ± 0.071 ГПа – для 30 Дж/см², 0.96 ± 0.103 ГПа – для 35 Дж/см²) почти достигает значений исходного материала (0.86 ± 0.04 ГПа), независимо от режима обработки. Характер зависимостей также не зависит от режима обработки.

По результатам исследования влияния электронно-пучковой обработки на микротвердость поверхностных слоев силумина можно сделать вывод, что оптимальными параметрами обработки, позволяющими повысить микротвердость почти в 2 раза, являются режимы с плотностями энергии 25, 30, 35 Дж/см². В данной связи для исследования тонкой структуры материала был выбран один из оптимальных режимов обработки, в частности, режим с плотностью энергии, равной 25 Дж/см².

Ранее в работах [25–28] было установлено, что облучение металлов и сплавов интенсивным импульсным электронным пучком сопровождается формированием градиентной структуры. Структуру, формирующуюся при облучении силумина электронным пучком, анализировали методом поперечных шлифов, используя сканирующий электронный микроскоп.

Характерное электронно-микроскопическое изображение структуры поперечного шлифа представлено на рис. 4. Видно, что облучение интенсивным импульсным электронным пучком приводит к растворению первичных включений второй фазы в поверхностном слое, толщина которого, для рассматриваемых параметров пучка электронов, составляет порядка 60 мкм, что кор-



Рис. 3. Зависимости изменения микротвердости от плотности энергии пучка электронов (*a*) и расстояния до поверхности обработки (*б*).

ИЗВЕСТИЯ РАН. СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ том 83 № 10 2019



Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение структуры поперечного шлифа силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком (*a*) и зависимость концентрации легирующих элементов силумина AK10M2H от расстояния до поверхности облучения электронным пучком (*b*). Стрелками указана поверхность облучения и толщина поверхностного слоя, в котором методами сканирующей электронной микроскопии не выявляются первичные включения второй фазы (*a*).

релирует с данными металлографических исследований (рис. 2*г*).

Методами микрорентгеноспектрального анализа выполнены исследования распределения элементов в поверхностном слое облученных образцов (рис. 46). По результатам анализа, выполненного в объеме материала на расстояниях 3, 8, 15 и 30 мкм от поверхности облучения, можно заключить: 1) наиболее значимым образом изменяется концентрация кремния — на глубине 3 мкм содержание кремния составляет 6.16%, на глубине 15 мкм оно составляет 7.2%, на 30 мкм — 10.42%; 2) концентрация атомов кремния в поверхностном слое толщиной до 30 мкм не менее чем в два раза ниже концентрации атомов кремния в образ-цах находящихся в состоянии поставки.

Можно предположить, что снижение концентрации легирующих элементов в поверхностном слое силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком, может способствовать разупрочнению поверхностного слоя, что не согласуется с результатами полученным при измерении микротвердости. С целью устранения возникших противоречий структуру модифицированного электронным пучком поверхностного слоя силумина более детально изучали методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг, изготовленных из поперечного сечения образцов.

Было установлено, что обработка образца электронным пучком с плотностью энергии 25 Дж/см² приводит к формированию структуры ячеистого типа (рис. 5*a*). Толщина слоя со структурой ячеистой кристаллизации достигает 40 мкм. В слое с ячеистой структурой не обнаружено включений второй фазы, характерных для силумина литого состояния.

Средний размер ячеек высокоскоростной кристаллизации поверхностного слоя составляет 0.4 ± 0.11 мкм. Распределение ячеек по размерам является одномодальным, что свидетельствует о высокой размерной однородности формируемой структуры (рис. 56).

Поверхностный слой силумина со структурой ячеистой кристаллизации состоит из ячеек, объем которых свободен от выделений второй фазы (показаны цифрой 1 на рис. 5а) и зерен пластинчатой эвтектики (цифра 2). Первые зерна эвтектики обнаруживаются в слое, расположенном на глубине ≈15 мкм. По мере удаления от поверхности облучения относительное содержание зерен эвтектики увеличивается. Зерна эвтектики располагаются островками или прослойками между ячейками высокоскоростной кристаллизации алюминия. Присутствие зерен эвтектики свидетельствует о существовании в поверхностном слое материала локальных областей с относительно высокой (≈12 ат. %) концентрацией атомов кремния. Размеры зерен эвтектики близки к размерам зерен твердого раствора на основе алюминия (ячейки кристаллизации). Поперечные размеры пластин эвтектики изменяются в пределах от 25 до 50 нм.

Методами микрорентгеноспектрального анализа тонких фольг были выполнены исследования элементного состава ячеистой структуры. Установлено, что объем ячеек первого типа обогащен атомами алюминия (рис. 5*a*), т.е. представ-



Рис. 5. Структура слоя силумина, облученного электронным пучком, расположенного на глубине ≈ 30 мкм (*a*). Распределение ячеек высокоскоростной кристаллизации поверхностного слоя силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком (δ).

ляет собой твердый раствор на основе алюминия. Ячейки второго типа сформированы чередующимися параллельными друг другу пластинками, обогащенными атомами алюминия и атомами кремния, т.е. представляют собой ячейки эвтектики сплава Al–Si. В количественном отношении элементный состав участков фольги, структура которых приведена на рис. 5, представлен в табл. 4.

Путем анализа микродифракционных картин темнопольных изображений, полученных с применением метода просвечивающей электронной микроскопии, были выполнены исследования фазового состава поверхностного слоя силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком. Результаты представлены на рис. 6. Анализ микроэлектронограммы (рис. 6*e*) дает основание заключить, что пластины (рис. 6*e*) сформированы кремнием. Пластины кремния являются поликристаллами с размером кристаллитов от 5 до 10 нм. На нанокристаллическое строение пластин кремния указывает также и кольцевое строение микроэлектронограммы (рис. 6*e*).

Таблица 4. Результаты микрорентгеноспектрального анализа

Массовая доля элементов, %								
Al	Si	Cu	Ni	Mg	Ti	Fe	0	
81.02	11.80	3.29	0.43	0.24	0.72	0.68	1.80	

С учетом результатов, полученных методами просвечивающей электронной микроскопии, можно предположить, что увеличение твердости поверхностного слоя силумина обусловлено формированием структуры высокоскоростной ячеистой кристаллизации субмикронных размеров, представленной ячейками пластинчатой эвтектики сплава Al–Si и ячейками алюминия, с расположенными по границам ячеек наноразмерными прослойками второй фазы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами металлографии и сканирующей электронной микроскопии установлено, что в литом состоянии доэвтектический силумин является многофазным агрегатом и содержит включения кремния и интерметаллидов, размеры и форма которых изменяются в широких пределах. Показано, что облучение образцов силумина сопровождается плавлением поверхностного слоя, растворением включений кремния и интерметаллидов. Обнаружено увеличение микротвердости поверхности силумина при ее облучении интенсивным импульсным электронным пучком в различных режимах. С помошью просвечивающей электронной микроскопии было обнаружено формирование структуры ячеистой кристаллизации, повторное выделение частиц второй фазы субмикронного размерного диапазона, обогащенной атомами кремния, меди, никеля и железа. Ячеистая структура состоит преимущественно из двух типов зерен. Первые сформированы твердым раствором на основе



Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, сформировавшейся в результате облучения интенсивным импульсным электронным пучком; *a*, *б* – светлопольные изображения; *в* – микроэлектронограмма; *г* – темное поле, полученное в первом дифракционном кольце [111]Si.

алюминия, вторые представляют собой чередующиеся пластины Al и Si с размерами кристаллитов от 5 до 10 нм. Высказано предположение, что увеличение микротвердости силумина связано с диспергированием структуры поверхностного слоя. Полученные в работе результаты позволяют рекомендовать облучение интенсивным импульсным электронным пучком в качестве метода модифицирования поверхности силуминов. Достоинством метода является быстрота и невысокая стоимость обработки, экологическая чистота и радиационная безопасность процесса.

Работа выполнена при финансовой поддержке государственного задания Минобрнауки РФ, проекты № 3.1283.2017/4.6 и № 2017/113 (2097). Авторы выражают благодарность сотрудникам ИСЭ СО РАН А.Д. Тересову, О.С. Толкачеву и

В.В. Шлярову за активное участие в проведении экспериментов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Пермякова И.Е. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 9. С. 1197; *Permyakova I.E.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2018. V. 78. № 9. Р. 1086.
- 2. Андрияхин В.М., Фишкис М.М. Лазеры и перспективы их применения в автомобилестроении. М.: НИИАвтопром, 1980. 40 с.
- 3. Белов А.Б., Быценко О.А., Крайников А.В. и др. Сильноточные импульсные электронные пучки для авиационного двигателестроения М.: Дипак, 2012. 292 с.
- Wei D., Wang H., Wang R., Cui H. // Vacuum. 2018. V. 149. P. 118.
- 5. Zagulyaev D., Konovalov S., Gromov G. et al. // Mater. Lett. 2018. V. 229. P. 377.

6. *Zhao Li, Wang S., Jin Y., Chen Y. //* Aerospace Sci. 18. Technol. 2018. V. 82–83. P. 61.

ВЛИЯНИЕ ПЛОТНОСТИ ЭНЕРГИИ ПУЧКА ЭЛЕКТРОНОВ

- Kim J., Lee W.J., Park J.W. // J. Alloys Compaunds. 2016. V. 679. P. 138.
- Кадыржанов К.К., Комаров Ф.Ф., Погребняк А.Д. и др. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов. М.: МГУ, 2005. 640 с.
- 9. Анищик В.М., Углов В.В. Модификация инструментальных материалов ионными и плазменными пучками. Минск: БГУ, 2003. 191 с.
- 10. *Тюрин Ю.Н., Жадкевич М.Л.* Плазменные упрочняющие технологии. Киев: Наукова думка, 2008. 216 с.
- 11. Углов В.В., Черенда Н.Н., Анищик В.М. и др. Модификация материалов компрессионными плазменными потоками. Минск: БГУ, 2013. 248 с.
- 12. Якушин В.Л. // Металлы. 2005. № 2. С. 12.
- 13. *Курзина И.А., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. и др.* Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-плазменном воздействии. Томск: НТЛ, 2008. 324 с.
- 14. *Budilov V.V., Ramazanov K.N., Vafin R.K.* // Metal Sci. Heat Treat. 2011. V. 53 № 7–8. P. 347.
- 15. *Ghyngazov S.A., Vasil'ev I.P., Surzhikov A.P. et al.* // Tech. Phys. 2015. V. 60. № 1. P. 128.
- Tao X., Yao Z., Zhang S. et al. // Surf. Coatings Tech. 2018. V. 337. P. 418.
- 17. Rubino F., Scherillo F., Franchitti S. et al. // J. Manufact. Proc. 2019. V. 37. P. 392.

- Гальченко Н.К., Белюк С.И., Колесникова К.А. и др. // Физ. мезомех. 2005. № 8. С. 133.
- Makhloufe M.M., Guthy H.V. // J. Light Met. 2001. V. 1. № 4. P. 199.
- 20. Páramo V., Colás R., Velasco E., Valtierra S. // J. Mater. Engin. Perform. 2000. V. 9. № 6. P. 616.
- Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. М.: МИСиС, 2010. 511 с.
- 22. Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н. // Структура и свойства перспективных металлических материалов. Томск: НТЛ, 2007. С. 345.
- 23. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд. стандартов, 1993. 35 с.
- 24. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов. М.: Металлургия, 1969. 248 с.
- 25. *Ivanov Y.F., Koval N.N., Vlasov V.I. et al.* // High Temp. Mat. Proc. 2013. V. 17, № 4. P. 241.
- 26. *Ivanov Y.F., Krysina O.V., Rygina M. et al.* // High Temp. Mat. Proc. 2014. V. 18. № 4. P. 311.
- 27. Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Глезер А.М. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2015. Т. 79. № 9. С. 1318; Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Glezer A.M. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2015. V. 79. № 9. Р. 1169.
- Громов В.Е., Коновалов С.В., Аксенова К.В., Кобзарева Т.Ю. Эволюция структуры и свойств легких сплавов при энергетических воздействиях. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2016. 249 с.