

Модификация структуры и свойств силумина путем формирования поверхностного сплава комбинированным методом, сочетающим электровзрывное легирование с последующей электронно-пучковой обработкой

Е. А. Петрикова, Ю. Ф. Иванов, Е. А. Будовских

Институт сильноточной электроники СО РАН
634055 Россия, Томск
e-mail: elizmarkova@yahoo.com

Представлены результаты исследования структуры и свойств поверхностного слоя силумина, подвергнутого комбинированной обработке, заключающейся в легировании плазмой, образующейся при электрическом взрыве фольги титана с навеской порошка бора, и последующем облучении высокоинтенсивным электронным пучком. Показано, что предложенная обработка приводит к образованию многослойной многофазной структуры, сформированной кристаллитами субмикро- и наноразмерного диапазона, механические (микротвердость) и трибологические (износостойкость) свойства которой многократно превышают свойства объема образца.

Введение

Алюминиевые сплавы нашли широкое применение в авиационной промышленности, авто- и тракторостроении, производстве электроаппаратуры, железнодорожного и другого оборудования. В этой связи в последнее время возрастает интерес исследователей к сплавам на основе Al-Si – силуминам. Эта система служит основой большинства современных алюминиевых литейных сплавов, что связано с благоприятным сочетанием их литейных, механических и ряда специальных эксплуатационных свойств. Силумины устойчивы к коррозии во влажной атмосфере и морской воде, по сравнению с алюминием, обладают большей прочностью и износоустойчивостью. Силумины применяются для литья деталей в авто- мото- и авиастроении (например, картеров, блоков цилиндров, поршней) и производства товаров народного потребления (например, теплообменников, мясорубок).

Важнейшими характеристиками силуминов, определяющими их технологичность и области применения, являются литейные и механические свойства [1–3]. Механические свойства определяются структурой и фазовым составом, которые формируются в зависимости от химического состава сплава, условий плавки, кристаллизации и последующей термической обработки.

Существует ряд технологических способов повышения свойств силуминов. Напри-

мер, свойства силуминов могут быть существенно улучшены при правильном выборе технологии обработки расплава, термической обработке и определении оптимального состава сплава. Однако удовлетворение всех этих условий не в полной мере решает проблему низкого качества силуминов. Для обеспечения высокого уровня их свойств необходимо улучшить микроструктуру сплавов, а именно: измельчить зерно α -фазы и кремния с одновременным упрочнением границ раздела интерметаллидными модифицирующими фазами. Это обусловлено тем, что грубоиглочатые эвтектики и первичные выделения кремния приводят к охрупчиванию, усиливающемуся с увеличением содержания кремния. С другой стороны, измельчение и сфероидизация кристаллов кремния в эвтектике, напротив, приводит к повышению предела прочности на 30–40 % и увеличению относительного удлинения в 2–3 раза.

Изложенные факты делают актуальной задачу поиска и разработки новых перспективных способов модифицирования силуминов, обеспечивающих высокие физико-химические характеристики сплавов [4, 5].

Одним из эффективных направлений улучшения служебных характеристик металлов и сплавов является модификация рабочих поверхностей деталей за счет термоупрочнения и диффузионного насыщения легирующими элементами: существенно сокращается

расход дефицитных, дорогостоящих материалов и значительно повышается работоспособность деталей [6]. Дальнейшее развитие технологии поверхностного упрочнения металлов и сплавов в настоящее время связывают с разработкой комбинированных процессов, включающих последовательно несколько методов модификации материала [6–8].

В настоящей работе представлены экспериментальные результаты по исследованию фазового состава, структуры и механических свойств поверхностных слоев эвтектидных силуминов, подвергнутых комбинированной обработке, сочетающей электровзрывное легирование (титан+бор) с последующим облучением высокоинтенсивным электронным пучком.

Материал, методы обработки и методика исследования

Объект исследований – образцы силумина следующего состава: 12,49 % Si, 2,36 % Mg, 0,6 % Cu, 0,35 % Ni, 0,3 % Fe, ост. Al (ат. %). Образцы в виде цилиндров диаметром 10 мм и толщиной 5 мм подвергали электровзрывному легированию (ЭВЛ) на установке ЭВУ 60/10 [9] и последующей обработке высокоинтенсивным импульсным электронным пучком на установке SOLO [10]. Параметры электровзрывного боротитанирования: время воздействия $t_i = 100$ мкс; плотность мощности $q = 8,2$ ГВт/м², давление в ударно-сжатом слое $p = 18,8$ 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 пучка электронов $\tau = 150$ мкс, число и частота следования импульсов $N = 5$ имп. и $f = 0,3$ с⁻¹, плотность энергии пучка электронов $E_s = 15, 20, 25$ и 30 Дж/см². Облучение проводили в среде аргона при остаточном давлении $\sim 0,02$ Па. Механические свойства приповерхностного слоя характеризовали путем по-

строения профиля микротвердости, определяемой по методу Виккерса на приборе ПМТ-3. Структуру поверхности обработки и поверхностного слоя по толщине анализировали на сканирующем электронном микроскопе SEM-515 Philips, оснащённом микроанализатором EDAX ECON IV и просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125. Фазовый состав изучали методами рентгенофазового анализа (Дрон-7).

Результаты исследования и их обсуждение

Исследования, выполненные методами сканирующей электронной микроскопии, показали, что в результате электровзрывного легирования формируется поверхность с высоким уровнем шероховатости, содержащая большое количество микрокапель и микротрещин (рис. 1а).

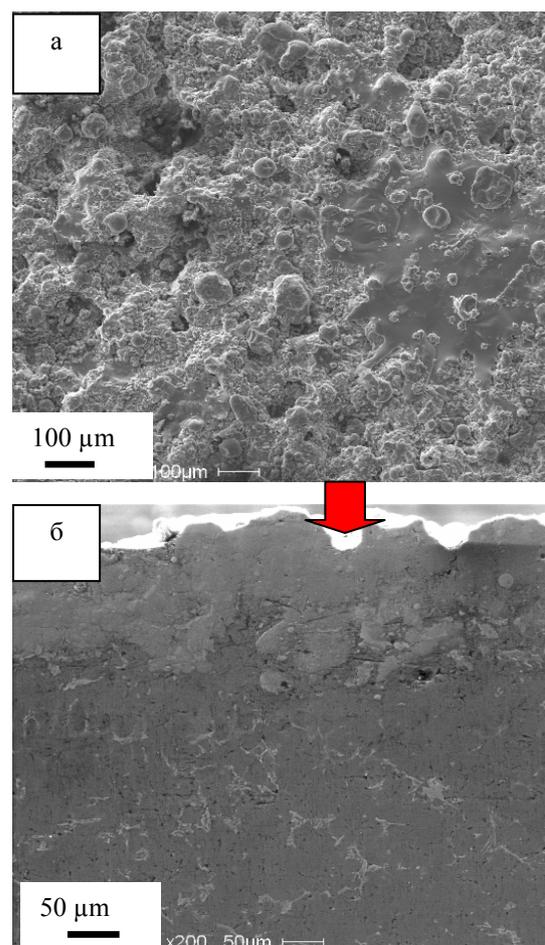


Рис. 1. Структура поверхности (а) и поперечного среза (б) образца силумина, подвергнутого ЭВЛ; стрелкой на (б) указана поверхность легирования. Сканирующая электронная микроскопия

При анализе структуры поперечного сечения образца выявлено формирование многослойной структуры, которая состоит из высокопористого покрытия, неоднородного по толщине, слоя жидкофазного легирования и слоя термического влияния (см. рис. 1б). Толщина модифицированного слоя изменяется в пределах (100–150) мкм, толщина слоя термического влияния – (50–70) мкм.

Для дополнительного термически активируемого перемешивания модифицированного слоя и уменьшения шероховатости поверхности электровзрывного легирования образец подвергался обработке импульсным электронным пучком.

Установлено, что электронно-пучковая обработка сопровождается не только выглаживанием поверхности легирования (рис. 2), но и существенным диспергированием структуры поверхностного слоя материала.

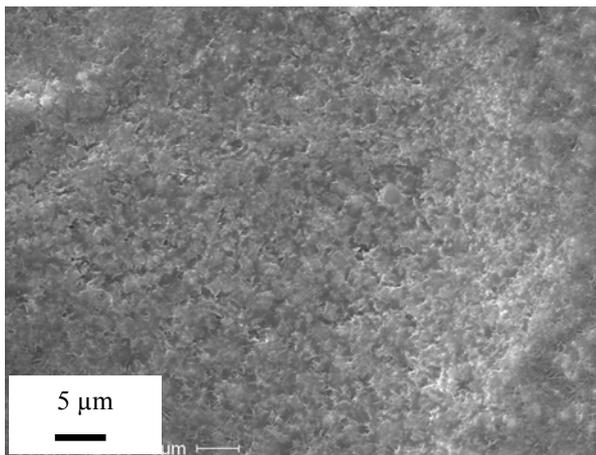


Рис. 2. Структура поверхности образца силумина, подвергнутого ЭВЛ и последующей электронно-пучковой обработке при $E_s = 30$ Дж/см². Сканирующая электронная микроскопия

Выявлено, что после комбинированной обработки размеры кристаллитов поверхностного слоя изменяются в пределах от 0,2 до 1 мкм, что, очевидно, обусловлено сверхвысокими скоростями охлаждения материала, реализующимися при импульсной, электронно-пучковой обработке. Анализ структуры поперечного сечения образцов показал, что при комбинированной обработке происходит перемешивание материала подложки и легированного поверхностного слоя.

Исследования фазового состава поверхностного слоя силумина, подвергнутого комплексной обработке, осуществленные методами рентгеноструктурного анализа, выявили формирование многофазной структуры. Обнаружены следующие фазы: Al, Ti, Al₂Ti, AlTi₃, Al₃Ti, TiV. Ожидалось, что формирование такой многофазной структуры субмикронного и наноразмерного диапазона приведет к существенному улучшению механических свойств образца. Действительно, выявлено кратное (в 4–8 раз) увеличение микротвердости приповерхностного слоя толщиной до 100–150 мкм (рис. 3).

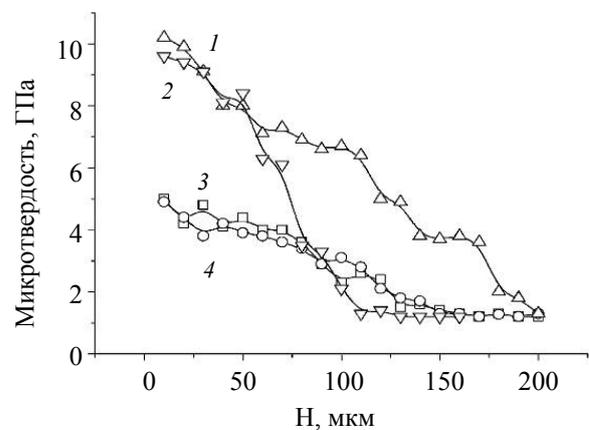


Рис. 3. Профили микротвердости силумина, подвергнутого ЭВЛ (Ti+V) 1 и последующему электронно-пучковому облучению (150 мкс, 5 имп., 0,3 Гц): 2 – 30; 3 – 25; 4 – 20 Дж/см²

Одновременно с увеличением микротвердости комплексная обработка приводит к существенному (в 5–6 раз) снижению коэффициента трения (контртело – твердый сплав ВК8, нагрузка на индентор составляла 20 г) (рис. 4). Из анализа результатов, представленных на рис. 3 и 4, следует, что оптимальными свойствами, с точки зрения коэффициента трения, обладает силумин, обработанный электронным пучком при плотности энергии пучка электронов 25 Дж/см², т. е. образец, характеризующийся протяженным слоем с высоким, относительно исходного материала, уровнем микротвердости (см. рис. 3, кривая 3)

Фазовый состав и состояние дефектной субструктуры поверхностного слоя силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой об-

работке 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, разделяющий слой жидкофазного легирования и слой термического влияния) и 150 мкм (слой термического влияния).

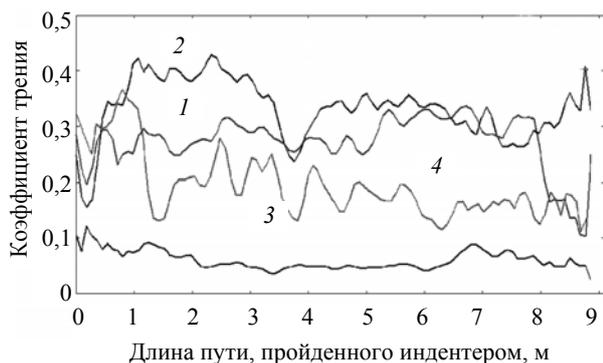


Рис. 4. Зависимость коэффициента трения от длины пути, пройденного индентором: 1 — исходное состояние; 2 — 20; 3 — 25; 4 — 30 Дж/см^2

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 размером в десятки микрометров. В объеме таких зерен наблюдаются хаотически распределенные дислокации. Скалярная плотность дислокаций $\sim 3,6 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Во-вторых, зерна алюминия, содержащие включения кремния глобулярного или пластинчатого типа (рис. 5а). 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 формируется фрагментированная субструктура с размером фрагментов 50...80 нм (см. рис. 5а). В-третьих, алюминий выявляется в виде прослоек между пластинами кремния (рис. 5б, в). Прослойки алюминия фрагментированы, размеры фрагментов изменяются в пределах 150...250 нм.

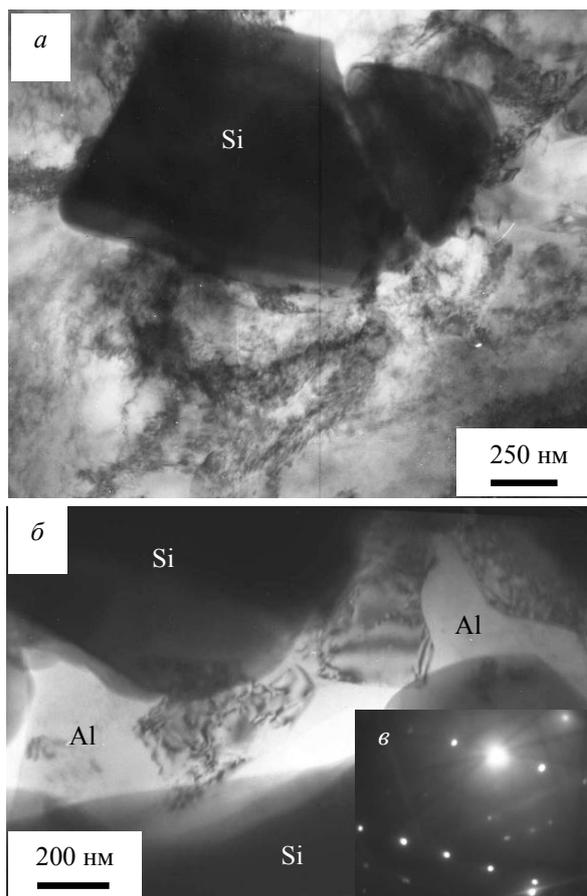


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке. Слой, расположенный на глубине 150 мкм; а, б — светлые поля; в — микроэлектроннограмма (б)

Кремний имеет преимущественно пластинчатую форму (см. рис. 5б), значительно реже — осколочную (см. рис. 5а). В объеме пластин кремния дефектная субструктура в виде дислокаций не обнаружена.

В слое, расположенном на глубине ~ 100 мкм, основными фазами также являются алюминий и кремний. В отдельных случаях при анализе микроэлектроннограмм обнаруживаются 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 (рис. 6а, б). В объеме зерен наблюдается дислокационная субструктура в виде хаотически распределенных дислокаций (рис. 6б). Скалярная плотность дислокаций $\sim 4,2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

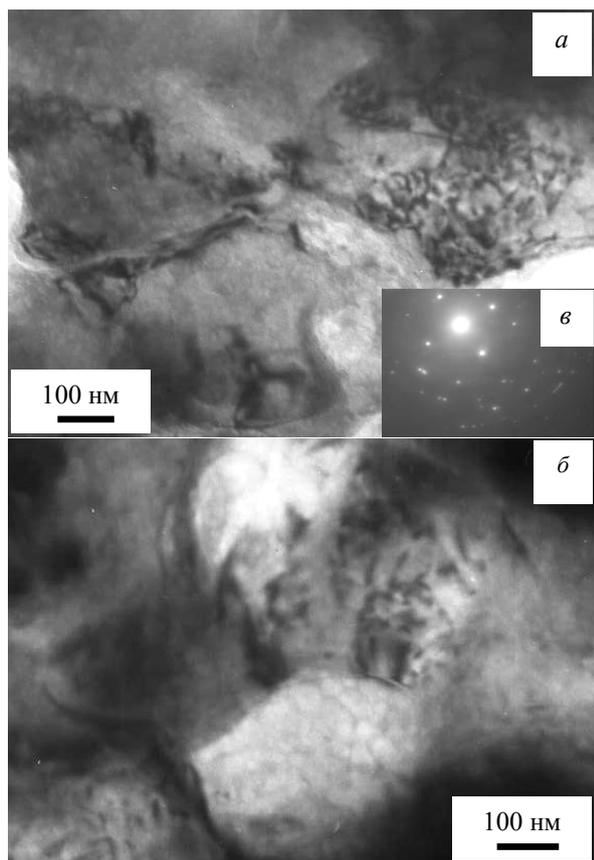


Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке. Слой, расположенный на глубине 100 мкм; *а*, *б* – светлые поля; *в* – микроэлектроннограмма к (*а*)

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, при анализе микроэлектроннограмм наряду с рефлексами, принадлежащими алюминию и кремнию, выявляются рефлексы фаз Al_3Ti и $TiSi$. Частицы данных фаз имеют округлую форму, размеры частиц изменяются в пределах 10...25 нм (рис. 7).

Существенным образом в данном слое преобразуется структура зерен алюминия – преобладают зерна, имеющие субзеренную структуру, размеры субзерен изменяются в пределах 80...100 нм (рис. 8а, б).

Одновременно с этим измельчается и структура кремния – пластины разбиваются на фрагменты размерами 0,5...0,7 мкм (рис. 9а, б).

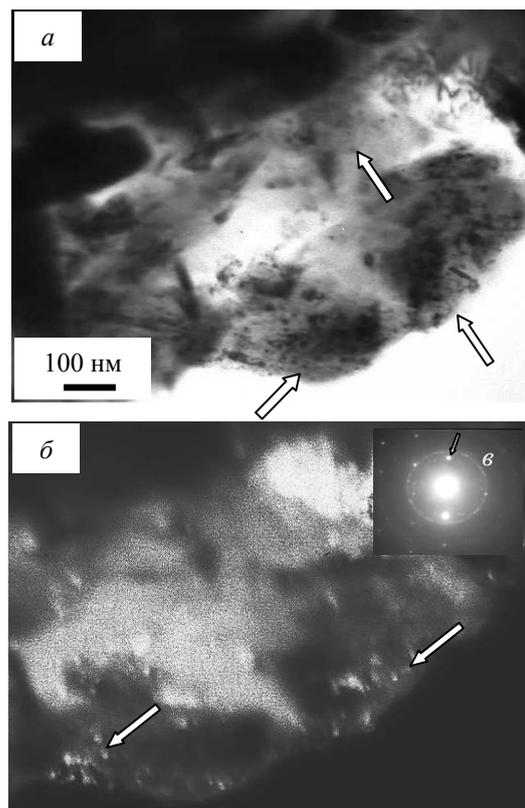


Рис. 7. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке: *а* – светлое поле; *б* – темное поле, полученное в близкорасположенных рефлексах $[111]Al$ и $[111]TiSi$; *в* – микроэлектроннограмма (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле *б*); на *а* и *б* стрелками указаны частицы $TiSi$

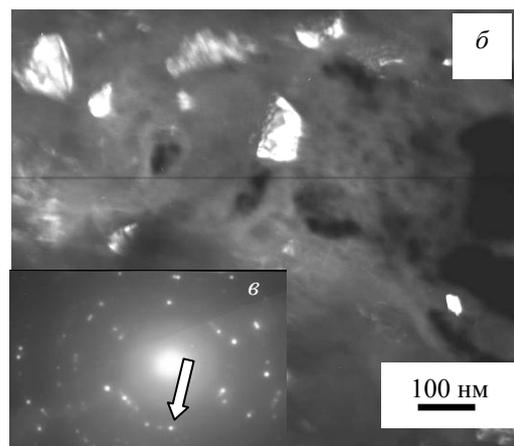


Рис. 8. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке: *б* – темное поле, полученное в рефлексе $[002]Al$, *в* – микроэлектроннограмма (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле)

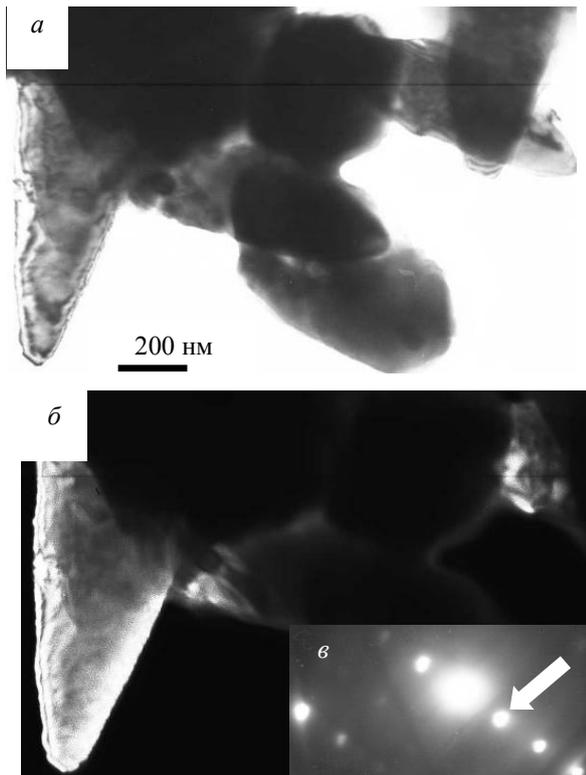


Рис. 9. Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина, подвергнутого электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке: *а* – светлое поле, *б* – темное поле, полученное в рефлексе [111]Si, *в* – микроэлектронограмма (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле)

Таким образом, выполненные микрофракционные 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. Снижение размеров кристаллитов алюминия/кремния, образование наноразмерных частиц интерметаллидных и боридных фаз способствует упрочнению материала, что выражается в многократном повышении микротвердости и износостойкости поверхностного слоя модифицированного силумина.

Заключение

Осуществлена комбинированная обработка поверхности литого силумина эвекто-

идного состава, заключающаяся в электровзрывном легировании титаном с навеской порошка бора и последующем облучении поверхности легирования высокоинтенсивным электронным пучком. Показано, что электровзрывное легирование (Ti+B) сопровождается формированием многослойной структуры, состоящей из неоднородного по толщине высокопористого покрытия, лежащих под ним слоя жидкофазного легирования и слоя термического влияния. Установлено, что электровзрывное легирование (Ti+B) приводит к увеличению микротвердости поверхностного слоя образца силумина толщиной ~170 мкм до 9 ГПа.

Последующая электронно-пучковая обработка поверхности электровзрывного легирования образцов силумина сопровождается существенным снижением степени шероховатости поверхностного слоя. Одновременно с этим выявлено многократное снижение коэффициента трения (в 5...6 раз; до ~0,1); при этом микротвердость поверхностного слоя толщиной ~ 100 мкм в 3...5,5 раз (до ~ 6 ГПа) превышает микротвердость исходного материала при оптимальном режиме электронно-пучковой обработки (25 Дж/см², 150 мкс, 5 имп., 0,3 Гц).

Выполнены структурно-фазовые исследования и показано, что комплексная обработка силумина, заключающаяся в электровзрывном легировании титаном и бором, и последующем электронно-пучковом облучении приводит к существенному измельчению зеренной структуры алюминия (вплоть до субмикронных значений) и пластин Si, а также формированию наноразмерных частиц интерметаллидов и боридов.

Высказано предположение, что комбинированный электронно-ионно-плазменный метод (электровзрывное легирование и последующая электронно-пучковая обработка) является в настоящее время одним из перспективных для обработки материалов, использующихся в парах трения. Положительное влияние данного метода на физико-механические и трибологические свойства силуминов обусловлено существенным снижением (вплоть до нано- и субмикронного диапазона) размеров кристаллитов алюминия/кремния и

дисперсионного упрочнения поверхностного слоя путем синтеза наноразмерных метастабильных фаз в условиях сверхвысоких скоростей нагрева и охлаждения.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ (проект № 11-02-12091 офи-м-2011 – Конкурс ориентированных фундаментальных исследований по актуальным междисциплинарным темам) и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 24.

Литература

1. Белов Н. А. Ф., Савченко С. В., Хван А. В. Фазовый состав и структура силуминов. М.: МИСИС, 2008. 282 с.
2. Строганов Г. Б., Ротенберг В. А., Гершман Г. Б. Сплавы алюминия с кремнием. М.: Металлургия, 1977. 272 с.
3. Золоторевский В. С., Белов Н. А. Металловедение литейных алюминиевых сплавов. М.: МИСИС, 2005. 376 с.
4. Михеев Р. С., Чернышова Т. А. Обработка поверхности пластин силумина высококонцентрированным источником энергии // *Металлы*. 2009. № 6. С. 53–59.
5. Гиржон В. В., Танцюра И. В., Волчок И. П., Широкобокова Н. В. Влияние лазерной обработки на структуру и свойства поверхностных слоев силумина // *ФиХОМ*. 2008. № 1. С. 50–54.
6. Кадыржанов К. К., Комаров Ф. Ф., Погребняк А. Д., Русаков В. С., Туркебаев Т. Э. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов. М.: Изд-во МГУ, 2005. 640 с.
7. Поршневые силумины: уч. пос. / под ред. В. К. Афанасьева. Кемерово: Полиграф, 2005. 161 с.
8. Крапошин В. С. Термическая обработка стали и сплавов с применением лазерного луча и прочих прогрессивных видов нагрева // *Итоги науки и техники. Металловедение и термическая обработка*. Т. 21. М.: ВИНТИ, 1987. С. 144–206.
9. Багаутдинов А. Я., Будовских Е. А., Иванов Ю. Ф., Громов В. Е. Физические основы электровзрывного легирования металлов и сплавов. – Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2007. 301 с.
10. Коваль Н. Н., Иванов Ю. Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // *Изв. вузов. Физика*. 2008. № 5. С. 60–70.