УДК 621.789:538.911

DOI: 10.14529/mmph240308

ЭВОЛЮЦИЯ СИСТЕМЫ «ПЛЕНКА (ТІ)/(СИЛУМИН) ПОДЛОЖКА», ОБЛУЧЕННОЙ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

Д.В. Загуляев 1 , Ю.Ф. Иванов 2 , О.С. Толкачев 2 , В.В. Шляров 1 , Ю.А. Шлярова 1

Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Российская Федерация

Аннотация. Обработка поверхности металлов электронным пучком представляет собой многогранный метод, включающий применение интенсивных импульсных электронных пучков для улучшения поверхностных свойств различных материалов в широком спектре. Обширные исследования показали, что использование этого подхода может привести к заметному снижению шероховатости и пористости поверхности, а также к заметному повышению прочности на растяжение и пластичности. Кроме того, было замечено, что обработанные образцы обладают улучшенными характеристиками, такими как твердость, износостойкость и коррозионные свойства, что подчеркивает эффективность электронно-пучковой обработки поверхности в материаловедении.

В данной работе установлено, что облучение системы «пленка (Ti)/(силумин) подложка» приводит к трансформации как пленки титана, так и прилегающего слоя силумина с разной плотностью энергии, что оказывает различное влияние на структуру и состав. При обработке электронным пучком при плотности энергии 30 Дж/см² титановая пленка и прилегающий слой силумина подвергаются полному растворению, в результате чего образуется сложная субмикронанокристаллическая структура, характеризующаяся присутствием частиц кремния, распределенных по границам зерен. Облучение электронным пучком системы «пленка (Ti)/(силумин) подложка» при разных плотностях энергии (10, 15, 30 Дж/см²) приводит к изменению морфологии поверхности, размера кристаллитов и фазового состава, а повышение плотности энергии приводит к плавлению пленки титана и прилегающего слоя силумина.

Ключевые слова: силумин; титан; система «пленка/подложка»; импульсный электронный пучок; элементный и фазовый состав; дефектная субструктура.

Введение

Электронно-пучковая обработка (ЭПО) поверхности широко изучена и используется для изменения поверхностных свойств различных материалов. А. Панин и др. использовали обработку электронным пучком для уменьшения ширины игольчатой α -фазы и увеличения объемной доли β -фазы в композите с титановой матрицей [1]. С. Басак с соавторами обсуждали улучшение твердости, износостойкости и коррозионной стойкости аустенитной нержавеющей стали 316L за счет ЭПО поверхности [2]. Коллектив под руководством С. Валькова в одной из своих работ обобщил использование технологий ЭПО для модификации поверхности металлов и сплавов [3, 4]. Наблюдалось улучшение коррозионной стойкости сплава на основе Mg–Sn с выделениями Mg2Sn за счет импульсной обработки электронным пучком [5].

Важным фактором при использовании технологии ЭПО является плотность энергии пучка электронов. Было показано влияние плотностей энергии электронного пучка на морфологию поверхности и свойства при растяжении сплава Al-Mg, изготовленного методом аддитивного производства [6]. Исследования показали, что использование обработки электронным пучком с различной плотностью энергии (5, 10, 15 Дж/см²) приводит к улучшению четкости границ зерен, уменьшению межзеренных трещин, а также оптимальной кристаллизации и прочности на разрыв

² Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, Российская Федерация E-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru

Загуляев Д.В., Иванов Ю.Ф., Толкачев О.С.,

для сплава Al-Mg. С. Вальков с соавторами продемонстрировали влияние мощности пучка электронов на структуру, шероховатость поверхности и коррозионные свойства обработанных электронным лучом сплавов Со-Сr-Мо [7]. Также этим научным коллективом был продемонстрирован метод дуплексной модификации поверхности, включающий нанесение покрытия WN с последующей электронно-лучевой обработкой поверхности из быстрорежущей инструментальной стали R18. Таким образом, в работах показано, что ЭПО оказывает влияние на поверхностные слои обрабатываемых материалов, приводя к изменению структуры и, как следствие, к изменению физико-механических характеристик. Очевидно, что применение ЭПО поверхности металлов и сплавов является важной и активной областью исследований, охватывающей широкий спектр материалов. Эта исследовательская деятельность обусловлена множеством преимуществ технологии ЭПО по сравнению с традиционными методами обработки. К ним можно отнести:

- точный контроль: технология позволяет точно контролировать уровень фокусировки, интенсивность мощности луча и отклонение, обеспечивая точную регулировку по площади поверх-
- автоматизированный процесс: машины для электронно-пучковой обработки поверхности полностью автоматизированы, что обеспечивает точную повторяемость и полную отслеживаемость соответствующих параметров в процессе модификации;
- низкое тепловложение: метод работает с чрезвычайно низким тепловложением, сводя к минимуму искажения и обеспечивая при этом предсказуемые свойства поверхности;
- универсальность: обеспечивает широкий спектр методов, таких как закалка, структурирование поверхности, гравировка и полировка, все из которых могут быть интегрированы в одну систему для эффективного использования;
- условия высокого вакуума: процесс происходит в условиях высокого вакуума в рабочей камере, что положительно влияет на материал за счет уменьшения потенциальных пор или других дефектов;
- энергоэффективность: электронно-лучевое отверждение потребляет меньше энергии (всего 10 % термического отверждения) и обеспечивает более быстрое время отверждения по сравнению с методами термического отверждения;
- снижение внутренних напряжений: отверждение при температуре окружающей среды при электронно-пучковой обработке снижает внутренние напряжения, что делает его пригодным для производства деталей с высокими требованиями к производительности;
- управление процессом: позволяет точно контролировать степень отверждения в различных местах продукта, улучшая контроль процесса и качество.

Сплавы Al-Si привлекли значительное внимание благодаря их широкому спектру применения в различных отраслях промышленности, таких как автомобилестроение, аэрокосмическая промышленность и производство биоматериалов. Однако, несмотря на это, до сих пор сохраняется высокий интерес к данным сплавам, не только с практической, но и с научной точки зрения. Проведены исследования доэвтектических сплавов Al-Si-Cu, в частности AlSi₈Cu₃ и AlSi₆Cu₄, с использованием термического анализа производных [8]. Эти сплавы продемонстрировали потенциал для дисперсионного упрочнения. Исследования позволили установить, что правильный выбор температуры в процессе термообработки сплавов Al-Cu помогает определить характерные точки и средние изменения размера фаз меди после растворения при различных температурах. Для сплавов Al-Cu температура раствора составляет $548\,^{\circ}$ C, а для сплавов AlSi₈Cu₃ и AlSi₆Cu₄ – 490 °C и 488 °C соответственно. В работах [9, 10] заэвтектические сплавы Ai-Si облучались сильноточным импульсным электронным пучком. Сообщалось, что обработка сильноточным импульсным электронным пучком расширила и сместила дифракционные пики Al и Si. Уменьшение параметров решетки алюминия связано с образованием в жидком слое пересыщенного твердого раствора алюминия. Износостойкость обработанного сплава повысилась в 9 раз, что может быть связано с образованием метастабильных структур. Ф. Мао и др. разработали кинетическую модель, основанную на теории зарождения и роста, для прогнозирования свойств при литье и термообработке сплавов Al-Si-Cu-Mg [11]. Это исследование подчеркивает важность понимания процесса термообработки для оптимизации свойств сплавов Al-Si для конкретных применений. Проведены исследования влияния фаз Al₅FeSi на растрескивание отливок из сплавов Al-Si, подчеркивающие необходимость решения потенциальных решений, которые могут возникнуть в условиях эксплуатации компонентов, изготовленных из этих сплавов [12]. В целом литература свидетельствует о том, что сплавы Al-Si имеют большие перспективы для широкого спектра применений и дальнейшие исследования состава сплавов, процессов термообработки и механических свойств необходимы для полного использования потенциала этих материалов в различных отраслях промышленности.

Целью настоящей работы являлось исследование эволюции системы «пленка (Ti)/(силумин) подложка», облученной импульсным электронным пучком в режиме твердофазного и жидкофазного растворения титана в силумине доэвтектического состава.

Материал и методика исследования

В качестве материала исследования был использован силумин доэвтектического состава марки AK5M2 (Al-(4-6)Si-(1,5-3,5)Cu-(0,2-0,8)Mg-(0,2-0,8)Mn-(0,05-0,2)Ti-(до 1,5)Zn-(до 1,3)Fe-(до 0.5)Ni). Образцы имели форму параллелепипеда с размерами $4 \times 12 \times 130$ мм. Имитация трещины (концентраторы напряжений) в центральной части образца осуществлялась двумя надрезами в виде полуокружности радиусом 20 мм. Образцы в областях концентраторов напряжений подвергались механической шлифовке наждачными бумагами с уменьшающейся дисперсностью частиц абразива. После шлифования на бумагах проводили полировку образцов алмазной пастой с частицами абразива размерностью до 1 мкм (до придания зеркального блеска). Подготовку поверхности в области концентратора напряжений осуществляли с целью уменьшения шероховатости поверхности, поскольку известно, что при циклических нагрузках разрушение деталей связано с развитием усталостных трещин, возникающих непосредственно в поверхностном слое. Поверхностную обработку силумина осуществляли в два этапа. На первом этапе на поверхность образцов силумина наносили пленку титана толщиной 5 мкм. Пленку титана осаждали из плазмы, образующейся при вакуумном плазменно ассистированном (плазма аргона) электродуговом распылении катода из технически чистого титана марки ВТ1-0. Формирование пленки титана осуществляли на установке «КВИНТА» (ИСЭ СО РАН) [13]. На втором этапе проводили облучение системы «пленка (Ti)/(AK5M2) подложка» импульсным электронным пучком при следующих условиях: энергия ускоренных электронов – 18 кэВ, плотность падающей энергии пучка электронов – (10, 15, 30) Дж/см², длительность импульса облучения – 200 мкс, количество импульсов -3, частота следования импульсов -0.3 c^{-1} , давление остаточного газа (аргон) в рабочей камере установки – 0,02 Па. Облучение осуществляли на установке «СОЛО» (ИСЭ СО РАН) [13]. Выбор режима облучения был обусловлен результатами работ, представленных в [14], из которых следует, что при плотности энергии пучка электронов $E_{\rm S}=10~{\rm Дж/cm}^2$ система «пленка (Ti)/(силумин) подложка» находится в твердофазном состоянии, т. е. облучение не приводит к плавлению пленки титана, и прилегающего к ней слоя силумина. При $E_{\rm S}=15~{\rm Дж/cm^2}$ плавится прилегающий к пленке титана слой силумина, сама пленка не плавится. При $E_S = 30 \; \text{Дж/см}^2$ плавится и пленка титана, и прилегающий к ней слой силумина. Исследование структуры и элементного состава образцов силумина осуществляли методами электронной сканирующей (прибор Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV) и просвечивающей дифракционной (прибор JEM 2100F, JEOL) микроскопии.

Результаты исследования и их обсуждение

Структура силумина доэвтектического состава, в том числе и силумина марки АК5М2, в литом состоянии представлена зернами алюминия, зернами эвтектики Al-Si, а также включениями различной морфологии, элементного и фазового состава [15]. Следуя элементному составу, представленному выше, основной составляющей структуры силумина марки АК5М2 являются зерна твердого раствора на основе алюминия.

Облучение системы «пленка (Ti)/(силумина) подложка» импульсным электронным пучком при $E_S = 10 \text{ Дж/см}^2$ не приводит к видимому изменению морфологии пленки титана (рис. 1, a).

При $E_S = 15~$ Дж/см 2 наблюдается частичное разрушение пленки титана и формирование структуры островкового типа (рис. 1, δ , ϵ). Островки обогащены атомами алюминия, основным химическим элементом поверхности образца является титан. При $E_S = 30~$ Дж/см 2 островковая структура поверхностного слоя сохраняется. В этом случае островки обогащены атомами титана, а основным химическим элементом поверхности образца является алюминий (рис. 1, ϵ).

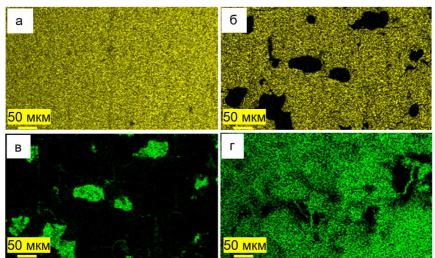


Рис. 1. Изображение поверхностного слоя образцов системы «пленка (Ті)/(силумина) подложка», подвергнутых облучению импульсным электронным пучком, полученное в характеристическом рентгеновском излучении атомов титана (Τί Κα1) (a, б) и атомов алюминия (Al Κα1) (в, г); образцы облучены при плотности энергии пучка электронов E_s (Дж/см²) 10 (a), 15 (б, в), 30 (г). Сканирующая электронная микроскопия

Более детально структуру поверхностного слоя образцов системы «пленка (Ti)/(силумина) подложка», подвергнутых облучению импульсным электронным пучком, изучали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии, анализируя фольги, приготовленные из пластинок, вырезанных в плоскости, расположенной перпендикулярно плоскости облучения образца. Представленные на рис. 2 микрофотографии свидетельствуют о том, что при $E_S=10~\mathrm{Дж/cm^2}$ изменение структуры прилегающего к пленке слоя силумина заключается в формировании субзеренной структуры с размерами субзерен (0,4–1,0) мкм (рис. $2, a, \delta$). Следовательно, плавления поверхностного слоя силумина при данном режиме облучения не происходит и преобразование элементного и фазового состава, формирование дефектной субструктуры материала протекает в твердофазном состоянии.

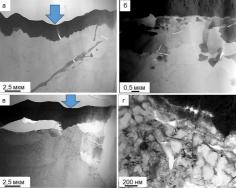


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение структуры системы «пленка/подложка», облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов: a, b – b = 10 Дж/см 2 ; b, b – b = 15 Дж/см 2 ; b – b режим STEM анализа; b – b – b режим ПЭМ анализа. Стрелкой на a (a, b) указана пленка титана

При $E_S = 15$ Дж/см² плавится прилегающий к пленке титана слой силумина толщиной 4–6 мкм (рис. 2, ϵ). В результате высокоскоростного охлаждения данный слой кристаллизуется с образованием структуры ячеистого типа в слое, прилегающем к пленке титана (рис. 2, ϵ). Размер ячеек кристаллизации изменяется в пределах от 130 нм до 200 нм. По мере удаления от границы контакта пленки и подложки ячейки кристаллизации преобразуются в структуру столбчатого типа (рис. 2, ϵ). Поперечный размер столбиков изменяется в пределах от 200 нм до 500 нм.

Увеличение плотности энергии пучка электронов до 30 Дж/см² сопровождается плавлением слоя силумина толщиной 60–70 мкм (рис. 3). В результате сверхбыстрого охлаждения за счет теплоотвода в объем образца формируется структура высокоскоростной кристаллизации, морфология которой изменяется по мере удаления от поверхности облучения.

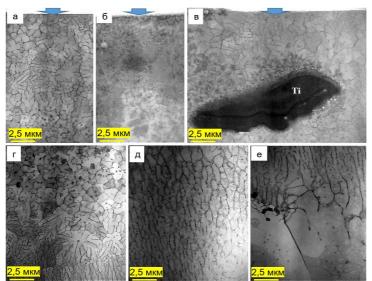


Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение структуры системы «пленка/подложка», облученной импульсным электронным пучком при E_S = 30 Дж/см²; а-в − слой, формирующий поверхность облучения, г − слой, расположенный на глубине 27 мкм, д − слой, расположенный на глубине 50 мкм, е − слой, расположенный на глубине 65 мкм; режим STEM анализа. Стрелками на (а−в) указана поверхность облучения; на (в) обозначен фрагмент пленки титана, погрузившейся в поверхностный слой силумина

Поверхностный слой формируют два типа структуры. Во-первых, структура ячеистого типа, основным химическим элементом которой является, как будет показано ниже, алюминий (рис. 3, a). Во-вторых, структура ячеистого типа, основным химическим элементом которой является, как будет показано ниже, титан (рис. 3, δ). Размер ячеек изменяется в пределах от 200 до 1000 нм и растет по мере увеличения расстояния от поверхности облучения. Одновременно с этим изменяется форма ячеек от глобулярной (округлой) у поверхности облучения к столбчатой (см. рис. 3). В отдельных случаях обнаруживаются фрагменты пленки титана, погрузившиеся в объем образца на стадии плавления прилегающего к пленке поверхностного слоя силумина (рис. 3, a).

Методами картирования установлено, что растворение пленки титана в поверхностном слое силумина при облучении системы «пленка/подложка» импульсным электронным пучком при E_S = 30 Дж/см² приводит к формированию обогащенных атомами титана островков и тонких прослоек по границам ячеек кристаллизации алюминия (рис. 4, a, δ). Наряду с титаном границы ячеек обогащены атомами кремния, железа и меди (рис. 4, z-e).

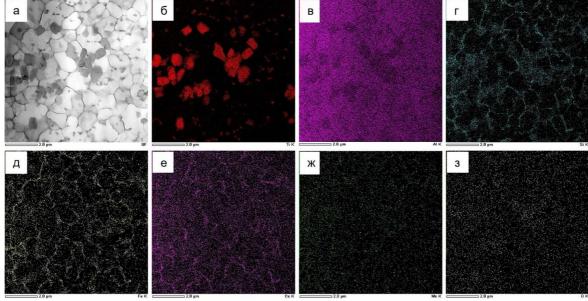


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение (а) структуры системы «пленка/подложка», облученной импульсным электронным пучком при $E_S = 30$ Дж/см² (слой, формирующий поверхность облучения); б–з – изображение поверхностного слоя, полученное в характеристическом рентгеновском излучении атомов титана (б), алюминия (в), кремния (г), железа (д), меди (е), марганца (ж), кислорода (з)

Результаты элементного анализа данного участка фольги, представленные в таблице, свидетельствуют о том, что наряду с атомами алюминия и титана поверхностный слой обогащен атомами кремния, железа и меди, формирующими прослойки, расположенные на границах ячеек кристаллизации.

Результаты количественного анализа элементного состава участка фольги, электронно-микроскопическое изображение которого приведено на рис. 4, а

Thin Film Standardless Standard Quantitative Analysis					
Fitting Coefficient: 0.1402					
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
O K	0.525	0.96	3235.84	0.17	1.90
Al K (Ref.)	1.486	64.23	378526.06	0.00	75.46
Si K	1.739	3.88	23798.69	0.04	4.38
Ti K	4.508	15.93	73811.55	0.01	10.54
Mn K	5.894	0.86	3438.56	0.34	0.49
Fe K	6.398	2.39	9231.64	0.11	1.36
Cu K	8.040	11.75	35613.75	0.03	5.86
Total		100.00			100.00

Методами дифракционной электронной микроскопии осуществлен анализ фазового состава системы «пленка (Ti)/(AK5M2) подложка», облученной импульсным электронным пучком. Прежде всего рассмотрим преобразование пленки титана. Выполненные исследования показали, что в исходном состоянии (состояние до облучения) пленка титана имеет столбчатую структуру (рис. 5, a).

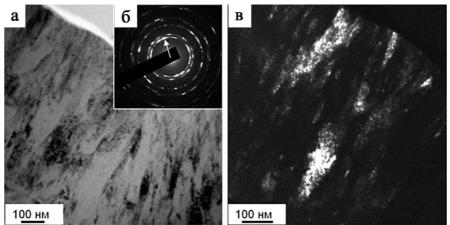


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение пленки титана в исходном (до облучения импульсным электронным пучком) состоянии; а – светлое поле; б – микроэлектронограмма; в – темное поле, полученное в рефлексе [100]α-Ті

Поперечный размер столбиков изменяется в пределах 20-30 нм. Столбики сформированы кристаллитами, размеры которых 5-7 нм (рис. 5, в). Облучение системы «пленка/подложка» импульсным электронным пучком приводит к преобразованию структуры пленки титана, заключающемуся в увеличении размеров формирующих ее кристаллитов. Установлено, что при $E_S =$ 10 Дж/см² размеры кристаллитов пленки изменяются в пределах 18–40 нм (рис. 6, a); при $E_S =$ 15 Дж/см² – 100–220 нм (рис. 6, б). При $E_S = 30$ Дж/см², как было показано на рис. 3, пленка титана на поверхности образцов силумина не обнаруживается

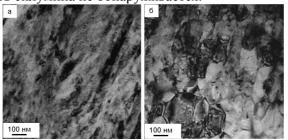


Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение пленки титана, облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов $E_S = 10 \text{ Дж/см}^2$ (a); $E_S = 15 \text{ Дж/см}^2$ (б)

Существенным образом в результате облучения изменяется структура прилегающего к пленке слоя силумина. Как отмечалось выше, при обсуждении результатов, представленных на рис. 2, облучение системы «пленка/подложка» импульсным электронным пучком при $E_S = 10~\text{Дж/см}^2$ сопровождается формированием в прилегающем к пленке слое силумина субзеренной структуры, характерное изображение которой приведено на рис. 7, a. По границам и в объеме фрагментов располагаются частицы кремния и алюминида меди Al_2Cu (рис. 7).

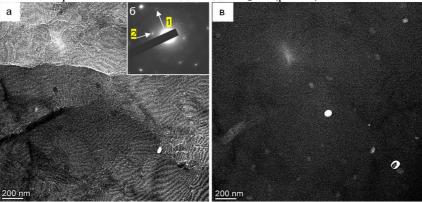


Рис. 7. Электронно-микроскопическое изображение слоя силумина, прилегающего к пленке титана, облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов E_S = 10 Дж/см²; а, в − темные поля, полученные в рефлексах [113]AI+[331]Si (а) и [211]AI₂Cu (в); б − микроэлектронограмма, стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля: 1 для (а), 2 − для (в)

Как отмечалось выше, при обсуждении результатов, представленных на рис. 2, ϵ , ϵ , облучение системы «пленка/подложка» импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов $E_S = 15~\text{Дж/cm}^2$ плавится поверхностный слой силумина, прилегающий к пленке титана. В результате высокоскоростной кристаллизации на стадии охлаждения образца формируется ячеистая (столбчатая) структура, характерное изображение которой приведено на рис. 8. Микродифракционный анализ данной структуры позволяет утверждать, что объем ячеек кристаллизации сформирован твердым раствором на основе алюминия (рис. 8, ϵ); прослойки второй фазы, расположенные по границам ячеек кристаллизации, являются преимущественно кремнием (рис. 8, ϵ). Следует отметить, что прослойки кремния имеют нанокристаллическую структуру. Размеры кристаллитов кремния изменяются в пределах от 8 до 15 нм.

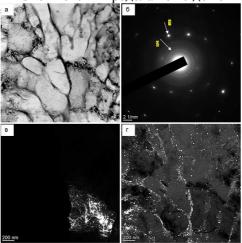


Рис. 8. Электронно-микроскопическое изображение слоя силумина, прилегающего к пленке титана, облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов *E*_S = 15 Дж/см²; а − светлое поле; б − микроэлектронограмма; в, г − темные поля, полученные в рефлексах [022]Al (в) и [111]Si (г); на (б) стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля: 1 для (в), 2 − для (г)

Наиболее существенные преобразования системы «пленка/подложка» наблюдаются при облучении электронным пучком, как было показано на рис. 3 и рис. 4, с плотностью энергии $E_S = 30 \, \text{Дж/см}^2$. В поверхностном слое выявлено формирование двух типов структуры. Вопервых, структура высокоскоростной кристаллизации с образованием ячеистой или столбчатой структуры (см. рис. 3). Электронно-микроскопический микродифракционный анализ показал, что объем ячеек сформирован твердым раствором на основе алюминия (рис. 9, ϵ).

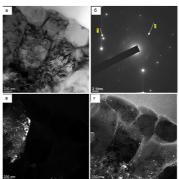


Рис. 9. Электронно-микроскопическое изображение поверхностного слоя системы «пленка/подложка», облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов $E_S = 30 \text{ Дж/см}^2$; а – светлое поле; б – микроэлектронограмма; в, г – темные поля, полученные в рефлексах [331]Al (в) и [311]Si + [321]Cu_SSi + [511]Al₄Cu₉ (г); на (б) стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля: 1 для (в), 2 – для (г)

Во-вторых, области со структурой высокоскоростной кристаллизации, содержащие включения, обогащенные атомами титана (см. рис. 4). Представленные на рис. 10 результаты микродифракционного анализа таких областей выявили формирование наноразмерных частиц кремния (рис. 10, ϵ), α -Ti и алюминидов титана (рис. 10, ϵ).

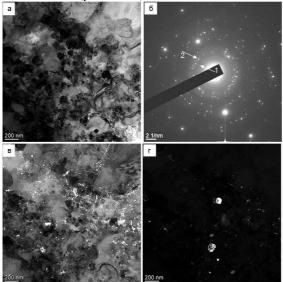


Рис. 10. Электронно-микроскопическое изображение поверхностного слоя системы «пленка/подложка», облученной импульсным электронным пучком при плотности энергии пучка электронов $E_S = 30 \text{ Дж/см}^2$; а – светлое поле; б – микроэлектронограмма; в, г – темные поля, полученные в рефлексах [111]Si (в) и [110]AlTi₃ + [002]α-Ti (г); на (б) стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля: 1 для (в), 2 – для (г)

Таким образом, облучение системы «пленка (Ti)/(силумин) подложка» импульсным электронным пучком сопровождается преобразованием структуры как пленки титана, так и прилегающего к пленке слоя силумина. При плотностях энергии пучка электронов $E_S = (10 \text{ и } 15)$ Дж/см² пленка титана сохраняется, однако кристаллиты, ее формирующие, многократно увеличиваются. При $E_S = 30$ Дж/см² пленка титана практически полностью растворяется в расплавленном слое силумина. В поверхностном слое силумина толщиной до 70 мкм формируется многофазная субмикро- нанокристаллическая ячеисто-столбчатая структура высокоскоростной кристаллизации алюминия, по границам и в объеме ячеек располагаются наноразмерные частицы кремния, алюминидов кремния, титана и меди.

Заключение

Сформирована система «пленка (Ti)/(силумин) подложка» при толщине пленки титана 5 мкм. Пленка титана имеет столбчатую структуру с поперечным размером столбиков 20–30 нм. Столбики сформированы кристаллитами, размеры которых 5–7 нм. Облучение системы «пленка/подложка» импульсным электронным пучком при $E_S = 10~\text{Дж/см}^2$ и $E_S = 15~\text{Дж/см}^2$ сопровождается увеличением размеров кристаллитов пленки от 18–40 нм в первом режиме, до 100–220 нм – во втором. Показано, что при $E_S = 10~\text{Дж/см}^2$ морфология поверхности пленки титана не изме-

няется; при $E_S = 15 \, \text{Дж/см}^2$ наблюдается разрушение пленки титана с формированием островковой структуры (островки обогащены атомами алюминия). При $E_S = 30 \, \text{Дж/cm}^2$ пленка титана на поверхности образцов силумина не обнаруживается; в отдельных случаях выявляются островки пленки титана в подповерхностном слое силумина. Установлено, что при $E_S = 10 \text{ Дж/см}^2$ в прилегающем к пленке титана слое силумина формируется субзеренная структура, что является следствием релаксации термических напряжений, обусловленных сверхвысокими скоростями нагрева и охлаждения поверхностного слоя образца. Выявлено, что облучение системы «пленка (Ti)/(силумин) подложка» при $E_S = 15 \, \text{Дж/см}^2$ приводит к плавлению прилегающего к пленке титана слоя силумина толщиной 4-6 мкм, сопровождающееся, на стадии высокоскоростного охлаждения, формированием структуры ячеистой кристаллизации с размером ячеек 130-200 нм. Ячейки сформированы твердым раствором на основе алюминия, по границам ячеек располагаются наноразмерные частицы кремния. При $E_S = 30 \, \text{Дж/см}^2$ плавится, с образованием на стадии кристаллизации ячеистой структуры размерами 0,2-1 мкм, слой силумина толщиной 60-70 мкм. По границам ячеек располагаются силициды и алюминиды меди. Растворение пленки титана при E_S = 30 Дж/см² сопровождается формированием в поверхностном слое силумина наноразмерных (70–110 нм) частиц α-Ті и алюминида титана.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-79-10059, https://rscf.ru/project/19-79-10059/. В работе применялось оборудование ЦКП НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

Литература

- 1. Electron Beam Additive Manufacturing of TiB₂/Ti-6Al-4V Composite / A. Panin, M. Kazachenok, L. Kazantseva *et al.* // AIP Conf. Proc. 2019. Vol. 2167. P. 020263.
- 2. Electron Beam Surface Treatment of 316L Austenitic Stainless Steel: Improvements in Hardness, Wear, and Corrosion Resistance / S. Basak, S.K. Sharma, M. Mondal *et al.* // Metals and Materials International. 2021. Vol. 27. P. 953–961.
- 3. Valkov, S. Electron-Beam Surface Treatment of Metals and Alloys: Techniques and Trends / S. Valkov, M. Ormanova, P. Petrov // Metals. 2020. Vol. 10, Iss. 9. P. 1219.
- 4. Formation Mechanism of Micro- and Nanocrystalline Surface Layers in Titanium and Aluminum Alloys in Electron Beam Irradiation / S. Nevskii, V. Sarychev, S. Konovalov *et al.* // Metals. 2020. Vol. 10, Iss. 10. P. 1399.
- 5. Microstructure and Corrosion Resistance of A Mg₂Sn-dispersed Mg Alloy Subjected to Pulsed Electron Beam Treatment / D. Lee, B. Kim, S.-M. Baek, J. Kim *et al.* // Journal of Magnesium and Alloys. 2020. Vol. 8, Iss. 2. P. 345–351.
- 6. Effect of Electron Beam Energy Densities on The Surface Morphology and Tensile Property of Additively Manufactured Al-Mg Alloy / Y. Geng, I. Panchenko, S. Konovalov *et al.* // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section. 2021. Vol. 498. P. 15–22.
- 7. Influence of Beam Power on The Surface Architecture and Corrosion Behavior of Electron-beam Treated Co-Cr-Mo Alloys / S. Valkov, S. Parshorov, A. Andreeva *et al.* // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section. 2021. Vol. 494–495. P. 46–52.
- 8. Smolarczyk, P. Thermal-Derivative Analysis and Precipitation Hardening of the Hypoeutectic Al-Si-Cu Alloys / P. Smolarczyk, M. Krupiński // Archives of Foundry Engineering. 2019. Vol. 19, Iss. 1. P. 41–46.
- 9. Improved Wear Resistance of Al-15Si Alloy with a High Current Pulsed Electron Beam Treatment / Y. Hao, B. Gao, G.F. Tu *et al.* // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. 2011. Vol. 269, Iss. 13. P. 1499–1505.
- 10. Study on Continuous Solid Solution of Al and Si Elements of a High Current Pulsed Electron Beam Treated Hypereutectic Al17.5Si Alloy / B. Gao, Y. Hao, W.F. Zhuang *et al.* // Phys. Procedia. 2011. Vol. 18. P. 187–192.
- 11. Integrated Property Predictions During Casting and Heat Treatment of Al-Si-Cu-Mg Alloys By Precipitation Simulation / F. Mao, M. Weidt, F. Roeser *et al.* // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2023. Vol. 1281. P. 012043.
- 12. Hren, I. Influence of Al5FeSi Phases on the Cracking of Castings at Al-Si Alloys / I. Hren, J. Svobodová, Š. Michna // Archives of Foundry Engineering. 2018. Vol. 18(4). P. 120–124.

- 13. Денисова, Ю.А. Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / Ю.А. Денисова, под общ. ред. Н.Н. Коваля и Ю.Ф. Иванова. Томск: Изд-во НТЛ, 2016. 303 с.
- 14. Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Денисов, Ю.Ф. Иванов и др. Томск: Изд-во НТЛ, 2016. 308 с.
- 15. Белов, Н.А. Фазовый состав и структура силуминов / Н.А. Белов, С.В. Савченко, А.В. Хван. М.: МИСИС, 2008. 281 с.

Поступила в редакцию 5 апреля 2024 г.

Сведения об авторах

Загуляев Дмитрий Валерьевич – доктор технических наук, доцент, Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Российская Федерация, e-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru.

Иванов Юрий Федорович – доктор физико-математических наук, профессор, ФГБУН «Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН», г. Томск, Российская Федерация, e-mail: yufi55@mail.ru.

Толкачев Олег Сергеевич – младший научный сотрудник лаборатории плазменной эмиссионной электроники, ФГБУН «Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН», г. Томск, Российская Федерация.

Шляров Виталий Владиславович – аспирант, Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Российская Федерация, e-mail: shlyarov@mail.ru.

Шлярова Юлия Андреевна – аспирант, Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Российская Федерация, e-mail: rubannikova96@mail.ru.

Bulletin of the South Ural State University Series "Mathematics. Mechanics. Physics" 2024, vol. 16, no. 3, pp. 50–61

DOI: 10.14529/mmph240308

THE EVOLUTION OF A TI FILM/SILUMIN SUBSTRATE SYSTEM IRRADIATED BY A PULSE ELECTRON BEAM

D.V. Zaguliaev¹, Yu.F. Ivanov², O.S. Tolkachev², V.V. Shlyarov¹, Yu.A. Shlyarova¹

¹ Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russian Federation

Abstract. The electron beam treatment of metal surfaces involves the use of intense pulsed electron beams to improve a wide range of surface properties of different materials. Research has shown that it can lead to a marked reduction in surface roughness and porosity and a marked increase in tensile strength and ductility. Processed samples also have improved hardness, wear resistance, and anti-corrosion properties, which emphasizes the effectiveness of electron beam surface treatment in materials science.

This work studies the irradiation of a Ti film/silumin substrate system showing it leads to the transformation of both the Ti film and the silumin layer with different energy densities, which has a different effect on the structure and composition. When treated with an electron beam at an energy density of 30 J/cm^2 , the Ti film and the silumin layer undergo complete dissolution, resulting in a complex submicron crystalline structure characterized by the presence of silicon particles distributed along grain boundaries. Irradiation with an electron beam of the Ti film/silumin substrate system at different energy densities (10, 15, 30 J/cm²) leads to a change in surface morphology, crystallite size, and phase composition, and an increase in energy density leads to the melting of the Ti film and the silumin layer.

Keywords: silumin; titanium; film/substrate system; pulsed electron beam; elemental and phase composition; defect substructure.

² Institute of High Current Electronics SB RAS, Tomsk, Russian Federation E-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru

References

- 1. Panin A., Kazachenok M., Kazantseva L., Martynov S., Korchagin M. Electron Beam Additive Manufacturing of TiB₂/Ti-6Al-4V Composite. *AIP Conf. Proc.*, 2019, Vol. 2167, P. 020263. DOI: 10.1063/1.5132130
- 2. Basak S., Sharma S.K., Mondal M., Sahu K.K., Gollapudi S., Majumdar J.D., Hong S.-T. Electron Beam Surface Treatment of 316L Austenitic Stainless Steel: Improvements in Hardness, Wear, and Corrosion Resistance. *Metals and Materials International*, 2021, Vol. 27, P. 953–961. DOI: 10.1007/s12540-020-00773-y
- 3. Valkov S., Ormanova M., Petrov P. Electron-Beam Surface Treatment of Metals and Alloys: Techniques and Trends. *Metals*, 2020, Vol. 10, Iss. 9, P. 1219. DOI: 10.3390/met10091219
- 4. Nevskii S., Sarychev V., Konovalov S., Granovskii A., Gromov V. Formation Mechanism of Micro- and Nanocrystalline Surface Layers in Titanium and Aluminum Alloys in Electron Beam Irradiation. *Metals*, 2020, Vol. 10, Iss. 10, P. 1399. DOI: 10.3390/met10101399
- 5. Lee D., Kim B., Baek S.-M., Kim J., Park H.W., Lee J.G., Park S.S. Microstructure and Corrosion Resistance of A Mg₂Sn-dispersed Mg Alloy Subjected to Pulsed Electron Beam Treatment. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2020, Vol. 8, Iss. 2, pp. 345–351. DOI: 10.1016/j.jma.2020.02.005
- 6. Geng Y., Panchenko I., Konovalov S., Chen X., Ivanov Yu. Effect of Electron Beam Energy Densities on The Surface Morphology and Tensile Property of Additively Manufactured Al-Mg Alloy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section*, 2021, Vol. 498, pp. 15–22. DOI: 10.1016/j.nimb.2021.04.008
- 7. Valkov S., Parshorov S., Andreeva A., Rabadzhiyska S., Nikolova M., Bezdushnyi R., Petrov P. Influence of Beam Power on The Surface Architecture and Corrosion Behavior of Electron-beam Treated Co-Cr-Mo Alloys. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section*, 2021, Vol. 494–495, pp. 46–52. DOI: 10.1016/j.nimb.2021.03.007
- 8. Smolarczyk P., Krupiński M. Thermal-Derivative Analysis and Precipitation Hardening of the Hypoeutectic Al-Si-Cu Alloys. *Archives of Foundry Engineering*, 2019, Vol. 19, Iss. 1, pp. 41–46. DOI: 10.24425/afe.2018.125189
- 9. Hao Y., Gao B., Tu G.F., Li S.W., Dong C., Zhang Z.G. Improved Wear Resistance of Al-15Si Alloy with a High Current Pulsed Electron Beam Treatment. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2011, Vol. 269, Iss. 13, pp. 1499–1505. DOI: 10.1016/j.nimb.2011.04.010
- 10. Gao B., Hao Y., Zhuang W.F., Tu G.F., Shi W.X., Li S.W., Hao S.Z., Dong C., Li M.C. Study on Continuous Solid Solution of Al and Si Elements of a High Current Pulsed Electron Beam Treated Hypereutectic Al17.5Si Alloy. *Phys. Procedia*, 2011, Vol. 18, pp. 187–192. DOI: 10.1016/j.phpro.2011.06.079
- 11. Mao F., Weidt M., Roeser F., Thorborg J., Barrales-Mora L. Integrated Property Predictions During Casting and Heat Treatment of Al-Si-Cu-Mg Alloys By Precipitation Simulation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2023, Vol. 1281, p. 012043. DOI: 10.1088/1757-899X/1281/1/012043
- 12. Hren I., Svobodová J., Michna Š. Influence of Al5FeSi Phases on the Cracking of Castings at Al-Si Alloys. *Archives of Foundry Engineering*, 2018, Vol. 18(4), P. 120–124. DOI:10.24425/afe.2018.125180
- 13. Denisova Yu.A. *et al. Evolyutsiya struktury poverkhnostnogo sloya stali, podvergnutoy elektronno-ionno-plazmennym metodam obrabotki* (Evolution of the Structure of the Surface layer of Steel Subjected to Electron-Ion-Plasma Processing Methods). Tomsk, Izd-vo NTL Publ., 2016, 303 p. (in Russ.).
- 14. Akhmadeev Yu.Kh., Denisov V.V., Ivanov Yu.F. *et al. Elektronno-ionno-plazmennaya modifi-katsiya poverkhnosti tsvetnykh metallov i splavov* (Electron-Ion-Plasma Surface Modification of Non-Ferrous Metals and Alloys). Tomsk, Izd-vo NTL Publ., 2016, 308 p. (in Russ.).
- 15. Belov N.A., Savchenko S.V., Khvan A.V. *Fazovyy sostav i struktura siluminov* (Phase Composition and Structure of Silumins). Moscow, MISIS Publ., 2008, 281 p. (in Russ.).

Received April 5, 2024

Information about the authors

Zaguliaev Dmitry Valer'evich is Doctor of Technical Sciences, Associate Professor, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russian Federation, e-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru.

Ivanov Yurii Fedorovich is Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch, Russian Academy of Sciences (IHCE SB RAS), Tomsk, Russian Federation, e-mail: yufi55@mail.ru.

Tolkachev Oleg Sergeevich is Junior Researcher of the Laboratory of Plasma Emission Electronics, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch, Russian Academy of Sciences (IHCE SB RAS), Tomsk, Russian Federation.

Shlyarov Vitaly Vladislavovich is graduate student, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russian Federation, e-mail: shlyarov@mail.ru.

Shliarova Yulia Andreevna is graduate student, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russian Federation, e-mail: rubannikova96@mail.ru.