

Экспериментальные исследования и моделирование импульсного электронно-пучкового воздействия на систему «ZrN-покрытие/подложка из силумина»

*Н.Н. Коваль¹, Т.В. Коваль², О.В. Крысина¹, Ю.Ф. Иванов¹, А.Д. Тересов¹,
П.В. Москвин^{1,*}, My Kim An Tran³, Н.А. Прокопенко¹, Е.А. Петрикова¹*

¹Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет (НПТУ), Томск, Россия

³Faculty of Mathematics and Statistics, Ton Duc Thang University, Ho Chi Minh City, Vietnam

*pavelmoskvin@mail.ru

Аннотация: Настоящая работа посвящена исследованию комбинированной модификации силумина, включающей нанесение ZrN-покрытия на подложку и последующую обработку импульсным субмиллисекундным электронным пучком системы покрытие/подложка. Были проведены экспериментальные измерения и теоретические расчеты локальной температуры на образцах в зоне электронно-пучкового воздействия и толщины зоны расплава. Численно решена задача Стефана о высокоскоростном нагреве силумина без и с покрытием ZrN под воздействием интенсивного электронно-пучкового воздействия. Получены зависимости температурного поля, положения фронта кристаллизации и скорости его перемещения от времени. Получено, что при изменении толщины покрытия от 0.5 до 2 мкм скорость роста температуры поверхности на фронте увеличивается с $6 \cdot 10^7$ до $9 \cdot 10^7$ К/с, а максимальная температура, достигаемая на фронте, изменяется с 760 до 1070 °С. Глубина расплава не превышает 57 мкм. Скорость фронта расплава в течение импульса воздействия составляет $3 \cdot 10^5$ мкм/с. Показано хорошее совпадение экспериментальных и теоретических значений температурных характеристик и толщин зон расплава при электронно-пучковой обработке.

Ключевые слова: импульсный электронный пучок, обработка электронным пучком, вакуумно-дуговое напыление, покрытие ZrN, силуминовая подложка, система покрытие-подложка, измерение температуры, математическое моделирование, температурное поле, скорость кристаллизации, глубина расплава.

1. Введение

Для управления свойствами поверхностного слоя деталей машин и механизмов используются различные подходы, предполагающие изменение элементного состава путем введения в поверхностный слой различных элементов: ионная имплантация [1, 2], ионный миксинг [3], диффузия из газообразного [4, 5], жидкого [6, 7] или твердого [8, 9] состояний легирующих элементов. Широко применяется комплексное легирование, к примеру, легирование сталей атомами металлов для дальнейшего (или совместного) насыщения приповерхностного слоя неметаллическими атомами (азот, углерод, бор) [10]. Примерами поверхностного легирования являются электровзрывное легирование [11, 12] с последующей обработкой импульсным электронным пучком [13–15], обработка компрессионными плазменными потоками мишеней с предварительно нанесенными пленками легирующих элементов (алюминий, титан, никель, хром и т.д.) [16–19]. Такая обработка позволяет получать слои переплава глубиной до 30 мкм и зону теплового воздействия около 200 мкм.

Одним из перспективных комбинированных методов, вызывающих интерес у научных исследователей, является нанесение покрытия с последующей электронно-пучковой обработкой системы «покрытие/подложка» [20–22]. Стоит отметить, что таким методом, в зависимости от вкладываемой плотности энергии, состава наносимого покрытия и используемой подложки, можно получать поверхностные сплавы разного состава толщиной ~0.1–100 мкм [21–23] или впаивать однослойные твердые покрытия в более легкоплавкие подложки для получения высокоадгезионных слоев с повышенными свойствами [24, 25].

Особенно актуальным является применение таких комбинированных методов для модификации легких алюминиевых сплавов (в том числе силуминов), более широкое

применение которых в промышленности ограничено низкими трибологическими и прочностными характеристиками [26, 27]. Образование в поверхностном слое неравновесных структурно-фазовых состояний при электронно-пучковом облучении в микро- и субмиллисекундном диапазонах времени определяется сверхвысокими скоростями нагрева (до 10^6 град/с) тонкого поверхностного слоя материала ($\sim 1\text{--}10$ мкм) до температур плавления и формирование предельных градиентов температуры (до $10^7\text{--}10^8$ град/м), обеспечивающих охлаждение поверхностного слоя за счет теплоотвода в основной объем материала со скоростью $10^4\text{--}10^6$ град/с.

Температура материала в зоне воздействия электронного пучка и скорость ее изменения, скорость нагрева и охлаждения материала являются основными критериями при формировании структуры модифицируемого слоя. В свою очередь на температурные характеристики влияет энергия электронов пучка, приходящая на подложку (плотность энергии в импульсе), свойства материала, как покрытия, так и подложки (теплопроводность, температура плавления и др.), толщина облучаемого покрытия, способ и скорость охлаждения образцов.

Способы обработки материалов и формирования покрытий могут привести к различному содержанию примесей и наличию точечных дефектов, которые влияют на термические и механические свойства материалов и могут быть источником разброса характеристик материалов (материала подложки и покрытия), что отражено в литературе [28–31]. На характеристики материала покрытия влияет также его толщина. Поэтому для решения тепловой задачи при воздействии интенсивных потоков энергии важным является совместно с моделированием проводить экспериментальное измерение температуры поверхности. Это позволяет уточнить теплофизические параметры материалов для прогнозирования динамики температурных полей и, соответственно, структуры модифицированного слоя.

Целью данной работы является исследование комбинированной модификации силумина эвтектического состава, включающей нанесение ZrN-покрытия на подложку и последующую обработку импульсным электронным пучком. В работе проведены расчёт и локальное измерение температуры в зоне электронно-пучкового воздействия, моделирование процессов модификации системы «покрытие/подложка» электронным пучком при заданных условиях. На основе экспериментальных и теоретических исследований выявлено влияния параметров облучения на структуру силумина с осаждённым ZrN-покрытием.

2. Материалы и методы исследований

Экспериментальные работы по осаждению ZrN покрытий толщиной 0.5, 1 и 2 мкм проводились вакуумно-дуговым методом на специализированной ионно-плазменной установке «КВИНТА» в режиме с магнитной фильтрацией плазменного потока [32, 33], (ИСЭ СО РАН, г. Томск, Россия). Осаждение покрытий велось при следующих параметрах: ток дугового испарителя $I_d = 90$ А, соотношение газов в смеси $\text{Ar}/\text{N}_2 = 1/1$, рабочее давление газовой смеси $p = 0.3$ Па, отрицательное импульсное напряжение смещения на образцах $U_b = 150$ В, коэффициент заполнения импульса $\gamma = 85\%$. Скорость роста покрытий составила 2.7 мкм/ч. Время осаждения выбиралось в соответствии со скоростью роста и требуемой толщиной покрытия и в данной работе составляло 11, 22, 44 мин для толщины покрытия 0.5, 1 и 2 мкм, соответственно. Параметры осаждения были выбраны, исходя из ранних работ [33]. Однако значение тока разряда испарителя было выбрано таким, чтобы температура легкоплавких силуминовых образцов во время напыления не превышала 350 °С.

В качестве подложек выступали образцы из силумина эвтектического состава марки АК12 (Si 10–13%, Al 84.3–90%) размером $15 \times 15 \times 4$ мм³.

Электронно-пучковое воздействие на образцы и измерение температуры их поверхности выполняли с использованием вакуумной электрофизической установки «СОЛО» [34], созданной для исследований воздействия концентрированных потоков энергии на материалы, модификации поверхности металлических и металлокерамических изделий с целью улучшения эксплуатационных свойств. Главный элемент установки – одноименный импульсный источник электронов 1 (Рис.1) с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления [35, 36], разработанный в ИСЭ СО РАН (г. Томск, Россия). Он генерирует пучок электронов с энергией, регулируемой в диапазоне 5–25 кэВ, током в диапазоне 20–300 А, длительностью импульса 20–200 мкс, частотой следования импульсов 0.3–20 с⁻¹, гауссовым профилем распределения плотности энергии по сечению пучка со значением в максимуме до 100 Дж/см² и диаметром пучка в области мишени около 3 см. Профилем распределения можно управлять путем изменения конфигурации и величины магнитного поля соленоидов 2 и 3 (Рис.1) в диапазоне 0.01–0.1 Тл, добиваясь однородности не хуже чем $\pm 15\%$ от среднего значения плотности тока на площади ≈ 7 см² в области воздействия пучка. Электропитание плазменного источника электронов обеспечивалось специализированными источниками питания 5, 6, 7, а диагностика параметров осуществлялась осциллографом 8. Образец 10 с термопарой 11 закреплялся на подвижном столе-манипуляторе 9. Сигнал с термопары поступал на нормирующий преобразователь 12, а с него на осциллограф 8.

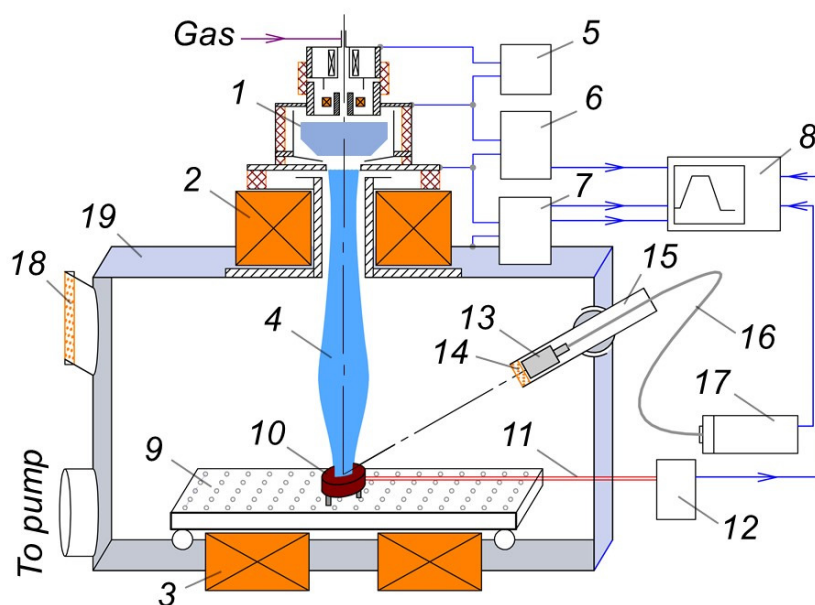


Рис.1. Схема экспериментального стенда. 1 – источник электронов «СОЛО», 2, 3 – катушки магнитного поля, 4 – пучок электронов, 5 – источник питания вспомогательного разряда, 6 – источник питания разряда плазменного катода, 7 – источник питания ускоряющего напряжения, 8 – осциллограф, 9 – стол-манипулятор, 10 – теплоизолированный образец, 11 – термопара, 12 – нормирующий преобразователь, 13 – объектив, 14 – кварцевое стекло, 15 – поворотный шарнир, 16 – оптический кабель, 17 – высокоскоростной пирометр, 18 – смотровое окно, 19 – вакуумная камера.

Используемый источник электронов способен работать с различными инертными и реакционными газами. В проведенных экспериментах в источник подавался аргон со скоростью натекания 0.03–0.04 Па·м³/с, обеспечивающей постоянное давление в вакуумной камере 0.1 Па.

Локальное измерение температуры поверхности образцов выполняли быстрым инфракрасным пирометром «Kleiber KGA 740–LO» 17 (Рис.1) с временем отклика 6 мкс и диапазоном измеряемых температур 300–2300 °С. Он использует спектральный диапазон 2.0–2.2 мкм, излучение регистрировали через кварцевое стекло 14 с помощью объектива «LVO 25» 13, закрепленного на вакуумно-плотном поворотном шарнире 15. Объектив соединялся с пирометром при помощи гибкого оптоволоконного кабеля 16. Область измерения на образце имела эллиптическую форму с размерами $\approx 4 \times 8$ мм². Прибор преобразует измеренную температуру в напряжение 0–10 В по линейному закону. Этот сигнал вместе с током разряда плазменного катода источника электронов I_d , током в ускоряющем промежутке I_g и ускоряющим напряжением U_g регистрировали осциллографом 8. В вакуумной камере 19 экспериментального стенда имелось смотровое свинцовое стекло 18 для визуального наблюдения за процессом пучковой обработки.

При выполнении измерений любым яркостным пирометром, к которому относится используемая модель, необходимо задавать коэффициент излучения поверхности объекта. Для его определения теплоизолированный образец плавно нагревали пучком электронов с следующими параметрами: плотность энергии пучка $E_s = 0.5$ Дж/см², длительность импульса $\tau = 50$ мкс, частота следования импульсов $f = 8$ Гц, ускоряющее напряжение $U_g = 13$ кВ, до температуры $T = 500$ °С в аргоне при давлении 0.1 Па. Такой подход позволял нагревать образец объемно, не изменяя состояние его поверхности. Затем, при остывании образца на пирометре выставляли коэффициент излучения, добиваясь близких показаний пирометра и термопары К-типа 11 из хромелевых и алюмелевых проволок диаметром 0.3 мм. После этого, опираясь на контактные измерения температуры, строили калибровочную прямую, которая определяла конечную зависимость выходного напряжения пирометра от локальной температуры поверхности для конкретного образца. Процедуру построения калибровочной прямой повторяли после обработки образца рабочими импульсами, чтобы оценить возможную ошибку измерений, вызванную изменением состояния поверхности образца под действием пучка электронов и, как следствие, изменением коэффициента излучения его поверхности.

Электронно-пучковую обработку силумина проводили по режимам, представленным в Таблице 1. На начальном этапе все образцы силумина проходили механическую шлифовку с помощью абразивной бумаги. Затем с целью обезгаживания, удаления примесей и полировки поверхности шлифованные образцы предварительно обрабатывались электронным пучком (режим 1). После вакуумно-дугового осаждения покрытий система «ZrN-покрытие/силуминовая подложка» подвергалась электронно-пучковой обработке по основному режиму (режим 2).

Таблица 1. Режимы электронно-пучковой обработки образцов

№ образца	Толщина ZrN-покрытия, мкм	Режим предварительной электронно-пучковой обработки (режим 1)	Основной режим электронно-пучковой обработки (режим 2)
1	0		–
2	0.5 ± 0.08	$E_s = 30$ Дж/см ² , $\tau = 200$ мкс, $N = 10$ имп, $f = 0.3$ Гц, $U_g = 13$ кВ	$E_s = 25$ Дж/см ² , $\tau = 150$ мкс, $N = 5$ имп, $f = 0.3$ Гц, $U_g = 13$ кВ
3	1 ± 0.11		
4	2 ± 0.14		

Структуру модифицированного слоя до и после комбинированной электронно-ионно-плазменной обработки (нанесение ZrN-покрытия и электронно-пучковое воздействие) исследовали методами оптической микроскопии (прибор микровизор металлографический μ Vizo-MET-221) и сканирующей электронной микроскопии (прибор Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV).

3. Математическая модель и численное моделирование

Динамика температурного поля при высокоинтенсивном воздействии электронного пучка на образец описывается уравнением переноса тепла с учетом принимаемых предположений математической модели, граничных и начальных условий. В математической постановке задачи при энергии электронов пучка <20 кэВ источник энергетического воздействия можно считать поверхностным, а тепловые процессы рассматривать в одномерном приближении при длительности импульса воздействия 150 мкс.

Процесс нагрева описывается уравнениями:

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right),$$

$$-\lambda \frac{\partial T(t, 0)}{\partial x} = p(t), \quad \frac{\partial T(t, l)}{\partial x} = 0, \quad T(0, x) = T_0, \quad (1)$$

где c – удельная теплоемкость, ρ – плотность, λ – коэффициент теплопроводности, $p(t) = U(t)j(t)$ – плотность мощности электронного пучка, $U(t)$ и $j(t)$ ускоряющее напряжение и плотность ток пучка, l – длина образца.

Математическая модель включает наличие двухфазной зоны, которая в системе «твердое тело-жидкость» характеризуется средней объемной долей жидкой фазы θ [37–38]. Фазовый переход происходит в интервале температур ΔT , в котором фаза материала моделируется сглаженной функцией θ , изменяющейся от 1 до 0. Эффективная теплопроводность системы «твердое тело-жидкость» λ связана с проводимостью твердого тела λ_s и проводимостью жидкости λ_l

$$\lambda = (1 - \theta)\lambda_s + \theta\lambda_l.$$

Плотность двухфазной области и теплоемкость считались постоянными, скрытая теплота плавления L включается в качестве дополнительного члена в теплоемкость: $c = c_s + L/\Delta T$.

Фазовый переход между жидкостью и твердым телом описывается аналогично. Численное решение задачи проводилось для следующих теплофизических значений [28–31]. Для силумина коэффициент теплопроводности $\lambda_s = 130$ Вт/(м·К) (при нагревании) и $\lambda_s = 120$ Вт/(м·К) (при остывании), $\lambda_l(T) = 60 + 0.024(T - T_l)$ при $T < 1400$ °С, $c_s = 1177$ Дж/(кг·К), $\rho = 2.6$ г/м³, $L = 385$ кДж/кг, температура фазовых переходов при плавлении $T_l = 574$ °С ($\Delta T = 12$ °С) и кристаллизации 562 °С ($\Delta T = 24$ °С) [28–29], в условиях эксперимента процессы связанные с испарением пренебрежимо малы (температура испарения 2493 °С).

Параметры покрытия принимались следующими: температура плавления 2280 °С, $\rho_c = 7.1$ г/м³, $L_c = 371$ кДж/кг. В расчетах учитывается, что теплоемкость нитрида циркония увеличиваются с ростом температуры [30, 31], а также зависит от толщины покрытия h (0.5, 1 и 2 мкм): $c_{ch} = [-1926(T + 300)^{-0.07585} + 1626 + \Delta c_h]$ Дж/(кг·К); $\Delta c_{c0.5} = 0$, $\Delta c_1 = 24.3$, $\Delta c_2 = 124$; $\lambda_{ch} = [-4658(T + 300)^{-0.9633} + 50.36 + \Delta \lambda_h]$ Вт/(м·К), $\Delta \lambda_{0.5} = 0$, $\Delta \lambda_1 = -20$, $\Delta \lambda_2 = -25$. Чем меньше толщина покрытия, тем выше скорость изменения теплопроводности покрытия от температуры. Это связано с более быстрым разрушением структуры покрытия при пучковом воздействии и изменением состава слоя за счет расплава основы.

4. Результаты и их обсуждение

Предварительная электронно-пучковая обработка ведет к плавлению поверхностного слоя (Рис.2а) толщиной до 40 мкм (Рис.3а, слой указан стрелкой, Таблица 2). Установлено, что

облучение системы «ZrN-покрытие/силуминовая подложка» с толщиной ZrN-покрытия в диапазоне 0.5–2 мкм импульсным электронным пучком при выбранном режиме обработки (25 Дж/см²; 150 мкс; 5 имп.; 0.3 Гц) приводит к частичному разрушению покрытия, плавлению поверхностного слоя подложки и выходу расплава на поверхность покрытия, что указывает на впавление покрытия в подложку (Рис.2b–2d).

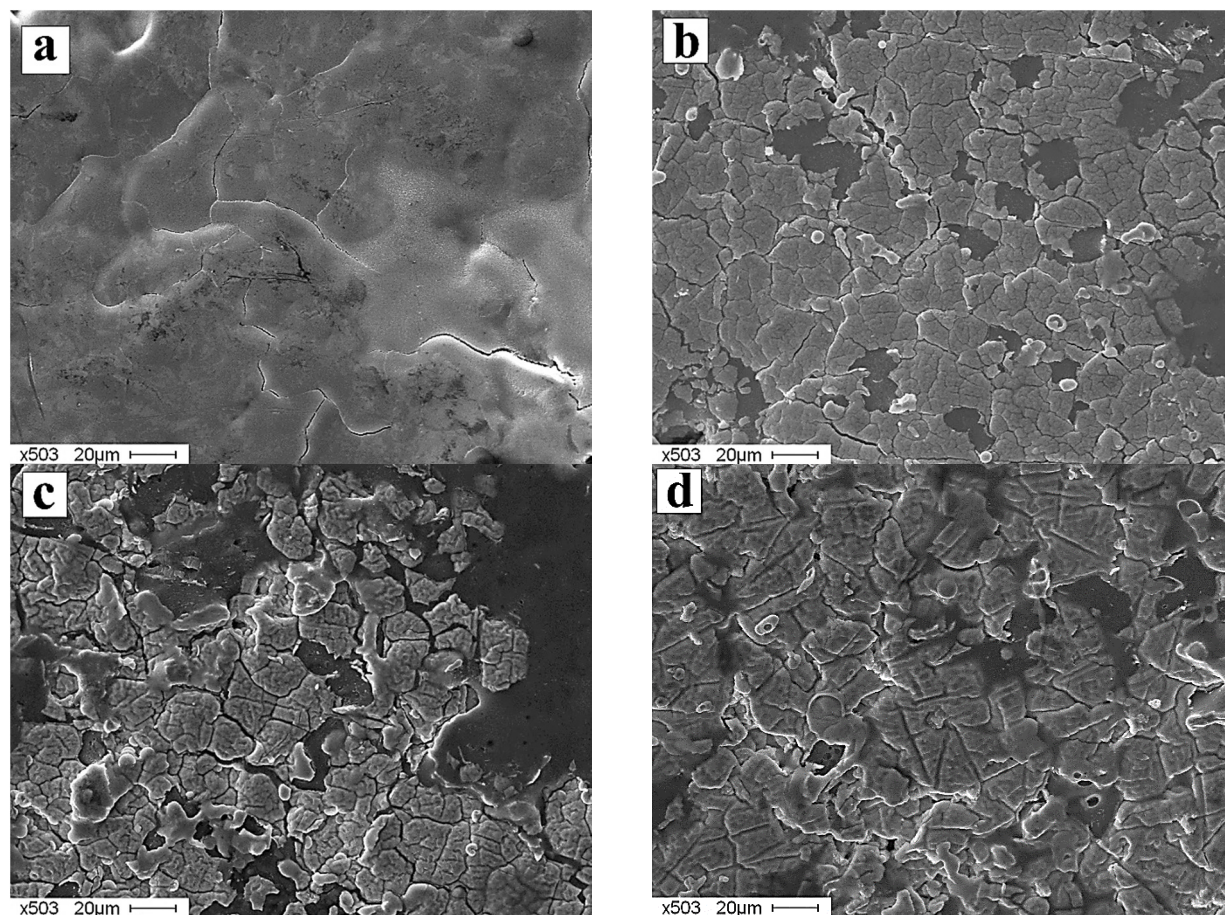


Рис.2. РЭМ-изображение структуры поверхности силумина без и с ZrN-покрытием после электронно-пучковой обработки: а – №1 (без покрытия); б – №2 ($h_{\text{ZrN}} = 0.5$ мкм); в – №3 ($h_{\text{ZrN}} = 1$ мкм); д – №4 ($h_{\text{ZrN}} = 2$ мкм).

Исследование поперечных шлифов силумина с покрытием после электронно-пучковой обработки выявило, как и в случае обработки силумина, зону плавления, где наблюдается плавление всех фаз подложки (Рис.3). В зоне плавления на образцах с покрытиями разной толщины наблюдается погружение фрагментов покрытия в объем подложки на глубину до 45 мкм (Рис.3, фрагменты покрытия в объеме подложки указаны белыми стрелками). Толщина зоны расплава увеличивается с ростом толщины ZrN-покрытия. Для силумина после предварительной электронно-пучковой обработки (образец №1) толщина зоны расплава, измеренная по оптическим и растровым изображениям поперечных шлифов, составляет 30–40 мкм. Для образцов после комбинированной обработки (№2–4) толщина зоны расплава увеличивается с 30–40 мкм до 40–55 мкм при увеличении толщины ZrN покрытия с 0.5 мкм до 2 мкм. Максимальная глубина погружения фрагментов покрытия также увеличивается с ростом толщины ZrN-покрытия, что связано с увеличением силы тяжести погружаемых частей покрытия в расплав при электронно-пучковом облучении и увеличением толщины зоны плавления с ростом локальной температуры в зоне обработки.

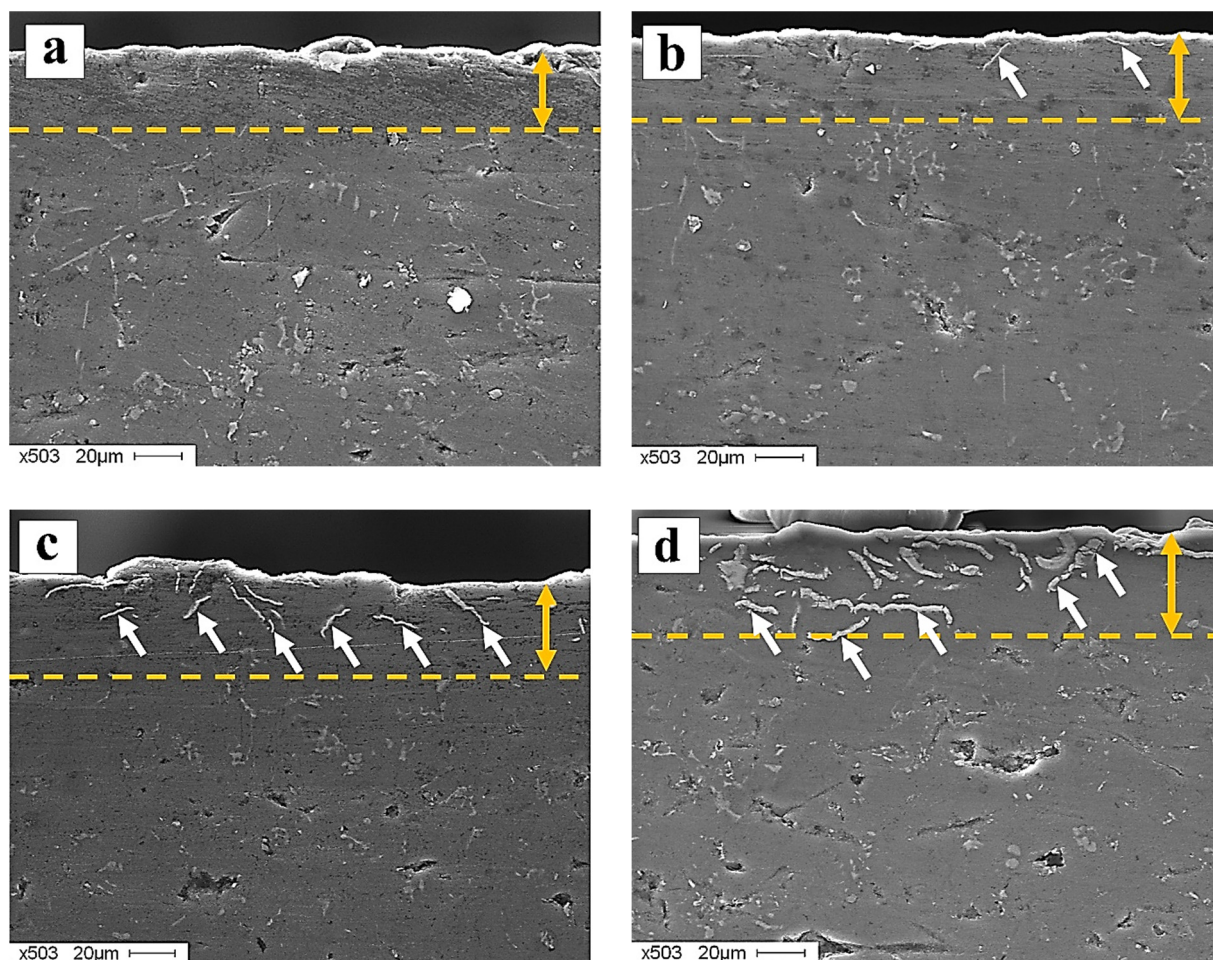
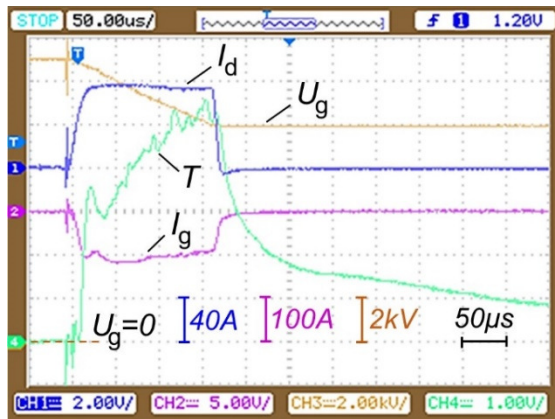


Рис.3. РЭМ-изображение структуры поперечного шлифа силумина без и с ZrN-покрытием после электронно-пучковой обработки: а – №1 (без покрытия); б – №2 ($h_{\text{ZrN}} = 0.5$ мкм); с – №3 ($h_{\text{ZrN}} = 1$ мкм); д – №4 ($h_{\text{ZrN}} = 2$ мкм). Пунктирной линией выделена зона плавления всех фаз силумина.

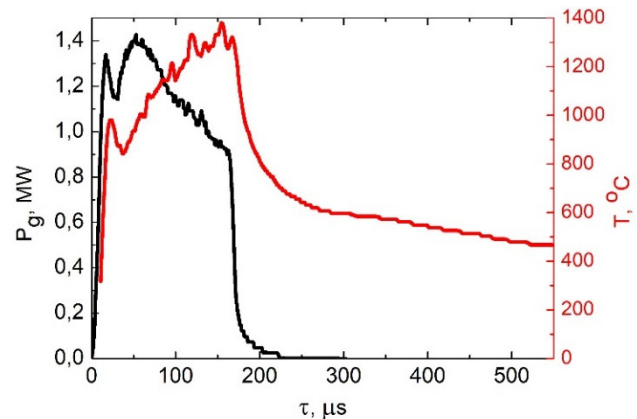
Таблица 2. Толщина зоны плавления силумина без и с ZrN-покрытием после электронно-пучковой обработки

№ образца	1	2	3	4
Толщина покрытия h , мкм	0	0.5 ± 0.08	1 ± 0.11	2 ± 0.14
Толщина зоны плавления, 5 импульсов (эксперимент)	33.8 ± 6.3	38.2 ± 7.9	45.4 ± 7.1	47.6 ± 8.3
Толщина зоны плавления, 1 импульс (моделирование)	48	54	57	52

Характерные осциллограммы регистрируемых сигналов приведены на Рис.4а. Импульсный ток в ускоряющем промежутке достигает 100–120 А, имеет прямоугольную форму с шириной на полувысоте 150 мкс и скоростью нарастания тока около 10 А/мкс. Мощность в течение импульса, регистрируемая в цепи ускоряющего промежутка, изменяется немонотонно: по достижении максимального значения 1.3–1.4 МВт следует спад из-за разрядки конденсатора накопительной батареи (Рис.4б). Температура поверхности образца при этом продолжает увеличиваться, либо остается примерно постоянной. Измеренная плотность энергии, приносимая в таком режиме пучком электронов на мишень, составляет около 25 Дж/см².



(a)



(б)

Рис.4. Осциллограммы (а) тока разряда плазменного катода (I_d), тока в ускоряющем промежутке (I_g), ускоряющего напряжения (U_g) и температуры поверхности (T), импульсы (б) мощности в цепи ускоряющего промежутка (P_g) и температуры поверхности (T) для образца с покрытием 1 мкм.

Для исходного силумина и силумина с покрытием 0,5, 1 и 2 мкм экспериментальные импульсы плотности мощности энергии электронного пучка показаны на Рис.5, средняя плотность мощности составляет $1,8 \cdot 10^5 \text{ Вт/см}^2$. На Рис.6 показаны результаты измерений температуры поверхности образцов для соответствующих им импульсов плотности мощности (Рис.5).

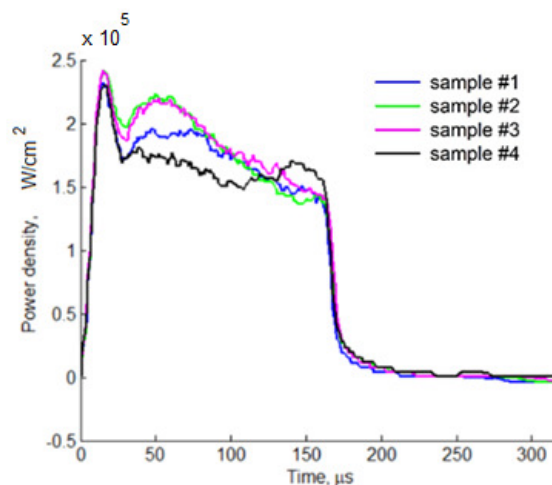


Рис.5. Изменение экспериментальной плотности мощности для образцов из силумина без и с покрытием при электронно-пучковой обработке.

Обратим внимание на временные зависимости температуры поверхности образцов (Рис.6). С увеличением толщины покрытия ZrN существенно увеличивается скорость роста температуры на фронте плотности мощности и достигаемая при этом температура (Таблица 3). Так, с увеличением толщины покрытия с 0,5 до 2 мкм экспериментально измеренная скорость роста температуры поверхности на фронте увеличивается в 1,5 раза с $6 \cdot 10^7$ до $9 \cdot 10^7 \text{ К/с}$, а максимальная температура, достигаемая на фронте, увеличивается на 40% с 760 до 1070 °С.

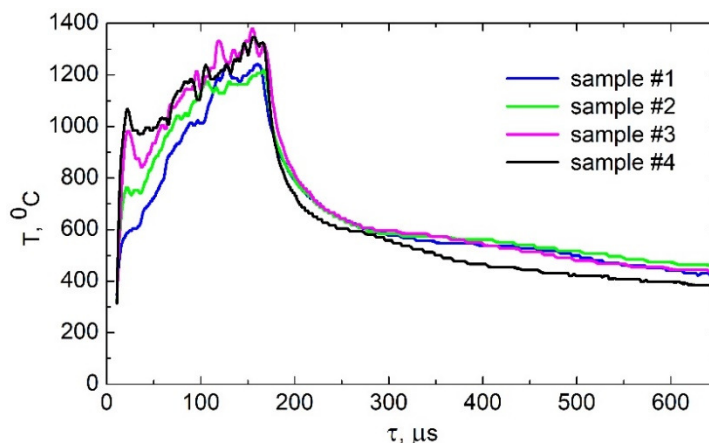


Рис.6. Изменение локальной температуры поверхности образцов из силумина без и с покрытием при электронно-пучковой обработке (эксперимент).

Таблица 3. Температурные характеристики поверхности образцов из силумина без и с покрытием при электронно-пучковой обработке

Толщина ZrN покрытия, мкм	0	0.5	1	2
Скорость роста температуры на фронте, К/с	$3 \cdot 10^7$	$6 \cdot 10^7$	$7 \cdot 10^7$	$9 \cdot 10^7$
Максимальная температура на фронте, °C	605	760	980	1070
Максимальная температура в течение импульса, °C	1200	1220	1380	1350

Сравнивая максимальную температуру, полученную на образце с покрытием 0.5 мкм и 1 мкм можно заметить, что последняя выше на 160 °C и составляет 1380 °C, против 1220 °C для 0.5 мкм (Рис.6, Таблица 3), хотя импульсы плотности мощности (Рис.5) в ускоряющем промежутке для представленных случаев заметно не отличаются. Это указывает на влияние толщины покрытия на локальную температуру поверхности при электронно-пучковой обработке.

После прекращения импульса тока пучка следует экспоненциальный спад температуры поверхности со средней скоростью около $6 \cdot 10^6$ К/с до области фазового перехода с постоянной температурой 570–580 °C, одинаковой для всех образцов. Для образца с толщиной покрытия 2 мкм измеренная скорость остывания поверхности оказалась несколько выше, чем для остальных, и составила $1.3 \cdot 10^7$ К/с (Рис.6). За областью ниже температуры кристаллизации наблюдается остывание поверхности образца со скоростью $(5-6) \cdot 10^5$ К/с.

Результаты численных расчетов представлены на Рис.7–11. Динамика расчетной температуры поверхности $T(t)$ для силумина и силумина с покрытиями для экспериментальных импульсов мощности (Рис.5) показаны на Рис.7. Кристаллизация расплава силумина зависит от теплофизических характеристик покрытия и ее скорость уменьшается с ростом его толщины, что может быть связано с уменьшением числа нерасплавившихся кристаллов, являющихся центрами кристаллизации. Скорость кристаллизации зависит также от величины вложенной энергии в обрабатываемый образец, выделяющееся при кристаллизации большое количество теплоты сказывается на уменьшении ее скорости.

Динамика температурного поля в образцах чистого силумина и силумина с покрытием практически имеют аналогичные зависимости, на Рис.8 показаны зависимости температуры по глубине образца с покрытием 1 мкм в различные моменты времени под действием электронного пучка. Максимальный градиент температуры в области расплава составляет ~10 град/мкм, у границы расплава 3.8 град/мкм, величина которого сохраняется в течение времени ~100 мкс.

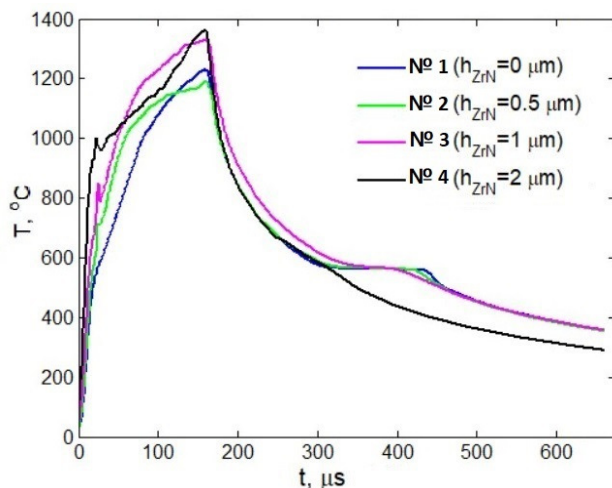


Рис.7. Изменение температуры поверхности из силумина без и с покрытием при электронно-пучковой обработке.

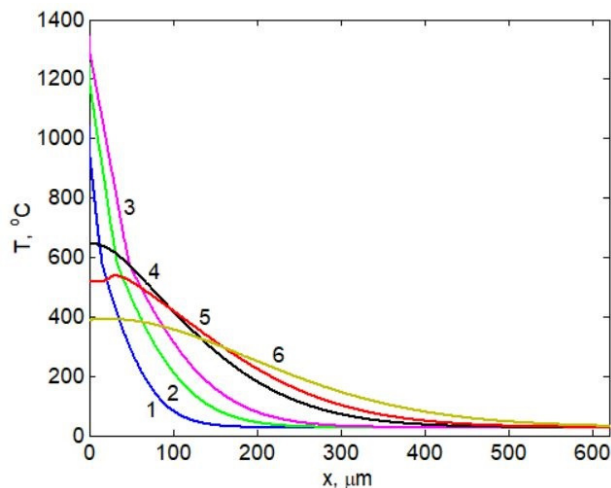


Рис.8. Распределение температуры в образце в различные моменты времени для силумина с покрытием толщиной 1 мкм (1 – 50 мкс, 2 – 100 мкс, 3 – 150 мкс, 4 – 300 мкс, 5 – 400 мкс, 6 – 600 мкс).

Численные расчеты показали, что при электронно-пучковом облучении у всех образцов расплавляется поверхностный слой толщиной, не превышающей 57 мкм. Отличие экспериментальной глубины расплава от расчетной (Таблица 2) может быть связано с изменением свойств структуры приповерхностного слоя при проникновении в него фрагментов покрытия при пяти импульсах обработки. На Рис.9 показано изменение глубины расплава во времени при электронно-пучковом воздействии на чистый силумин и силумин с покрытием толщиной 0.5, 1 и 2 мкм. Глубина расплава в образцах растет в течение импульса воздействия со скоростью $\sim 3 \cdot 10^5$ мкм/с, после 150 мкс воздействие прекращается, и уменьшение температуры расплава определяется теплопроводностью силумина за счет распространения тепла из зоны обработки в глубь образца. Глубина расплава не меняется до 300 мкс, пока температура поверхности не достигнет температуры кристаллизации силумина. Время существования жидкой фазы в образце с покрытием 0.5 мкм составляет 450 мкс, а с покрытием 2 мкм – 350 мкс.

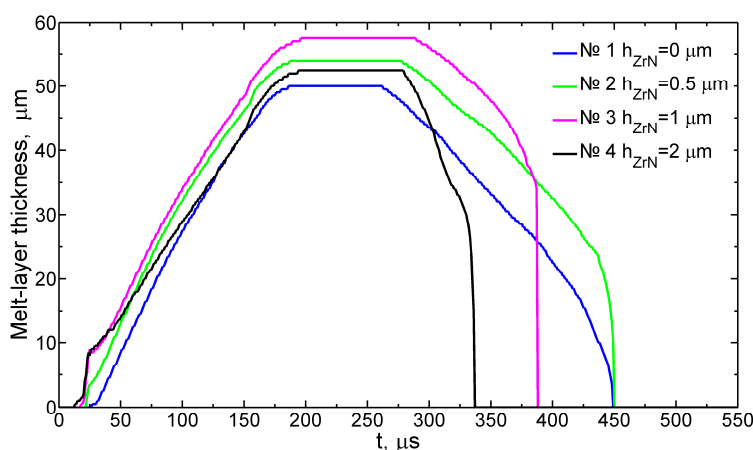


Рис.9. Изменение глубины расплава от времени в чистом силумине и силумине с покрытием толщиной 0.5, 1 и 2 мкм.

На Рис.10 показано, как температура распределяется во времени на разной глубине в зависимости от обрабатываемой поверхности под действием электронного пучка на силумин

с покрытием 1 мкм. Скорости нагрева и охлаждения уменьшаются с увеличением расстояния от поверхности. На глубине более 55 мкм температура ниже температуры эвтектики. Так температура ~550 °С на глубине 60 мкм сохраняется в течение ~250 мкс.

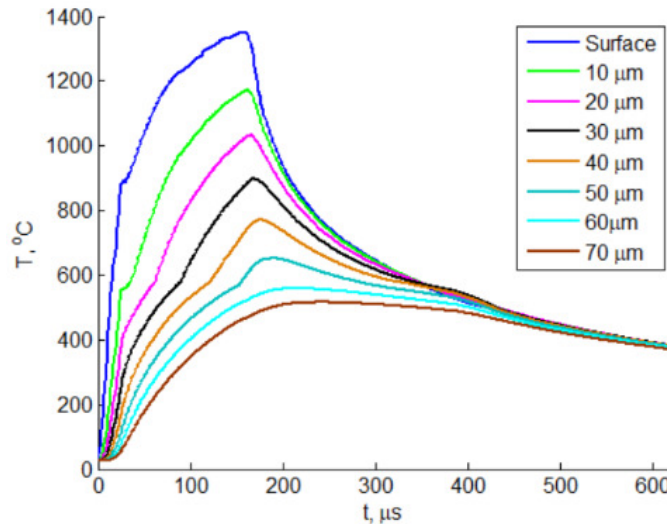


Рис.10. Распределение температуры во времени на разной глубине: 1 – 0 мкм, 2 – 10 μm, 3 – 20 μm, 4 – 30 μm, 5 – 40 μm, 6 – 50 μm, 7 – 60 μm, 8 – 70 μm.

На Рис.11 показано изменение расчетной и экспериментальной температуры поверхности $T(t)$ для образца с покрытием 1 мкм. Температура $T(t)$ отражает изменение плотности мощности электронно-пучкового воздействия в течение импульса (Рис.5). Более мелкие колебания на экспериментальной зависимости $T(t)$ могут быть связаны с чувствительностью измерительного прибора к изменению коэффициента излучения, вызванному изменением состояния поверхности образца в течение импульса.

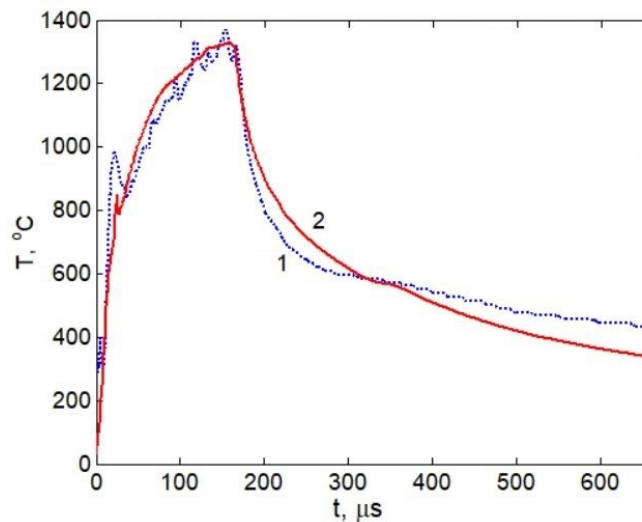


Рис.11. Изменение расчетной и экспериментальной температуры поверхности $T(t)$ для силумина с покрытием 1 мкм.

5. Заключение

Проведена комбинированная обработка силумина эвтектического состава, включающая нанесение ZrN-покрытия на подложку из силумина и обработку импульсным электронным

пучком субмиллисекундной длительности. Исследование поперечных шлифов силумина с покрытием после электронно-пучковой обработки выявило протяженную зону расплава, толщина которой составляет для всех образцов 30–55 мкм. В зоне расплава на образцах с покрытиями наблюдается частичное погружение покрытия в объем подложки на глубину до 45 мкм при толщинах покрытия 0.5–2 мкм после пяти импульсов обработки.

Проведено локальное измерение температуры в зоне электронно-пучкового воздействия, моделирование высокоскоростного нагрева (150 мкс) и затвердевания расплава под воздействием интенсивного источника тепла для экспериментальных импульсов электронно-пучкового воздействия ($1.8 \cdot 10^9$ Вт/см²) на исходный силумин и силумин с ZrN-покрытием. Получено, что при изменении толщины покрытия от 0.5 до 2 мкм скорость роста температуры поверхности на фронте увеличивается с $6 \cdot 10^7$ до $9 \cdot 10^7$ К/с, а максимальная температура, достигаемая на фронте, изменяется с 760 до 1070 °С. Глубина расплава не превышает 57 мкм. Скорость фронта расплава в течение импульса воздействия составляет $3 \cdot 10^5$ мкм/с. Методом численного моделирования показано, что на глубине более 55 мкм температура эвтектики не достигается.

Численные расчеты и сравнение с экспериментальными измерениями температуры поверхности позволяют определить динамику температурного поля и глубины расплава с целью получения заранее определенных свойств материалов при электронно-пучковой обработке. Следует особо подчеркнуть, что использованный нами импульсный электронный пучок с уникальными параметрами позволил не только детально проследить динамику изменения температуры расплава поверхностного слоя силумина с нанесённым ZrN-покрытием, но и сформировать достаточно протяженную (десятки микрометров) модифицированную структуру. Свойства материала с данной структурой по предварительным оценкам значительно улучшают эксплуатационные свойства исходного силумина. Полученные результаты важны для разработки технологии импульсной электронно-пучковой модификации структуры и свойств поверхности силуминовых изделий, применяемых в современной промышленности.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (номер: FWRM-2021-0006). Результаты РЭМ получены в НОЦ «Физика и химия высокоэнергетических систем» Томского государственного университета.

6. Список литературы

- [1] Faye D.Nd., Dias M., Rojas-Hernandez R.E., Sousa N., Santos Luís F., Almeida Rui M., Alves E., *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B*, **459**, 71, 2019; doi: 10.1016/j.nimb.2019.08.027
- [2] Kuang X., Lei L.L., Guodong W., Huang L.K., Xu Y., *Surf. Coat. Technol.*, **374**, 72, 2019; doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.05.055
- [3] Vorob'ev V.L., Gilmutdinov F.Z., Bykov P. V., Bayankin V.Ya., Pospelova I.G., Russkikh, I.T., *J. Synch. Investig.*, **13**(5), 979, 2019; doi: 10.1134/S1027451019050379
- [4] Boes J., Röttger A., Becker L., Theisen W., *Addit. Manuf.*, **30**, 100836, 2019; doi: 10.1016/j.addma.2019.100836
- [5] Ren Zh., Eppell S., Collins S., Ernst F., *Surf. Coat. Technol.*, **378**, 124943, 2019; doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.124943
- [6] Bobylyov E., *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **453**(3), 032019, 2018; doi: 10.1088/1757-899x/450/3/032019

- [7] Sokolov A.G., Boblylov E.E., *Solid State Phenom.*, **265**, 181, 2017; doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.265.181
- [8] Sridharan N., Isheim D., Seidman D.N., Babu S.S., *Scr. Mater.*, **130**, 196, 2017; doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.11.040
- [9] Barda H., Rabkin E., *Acta Mater.*, **177**, 121, 2019; doi: 10.1016/j.actamat.2019.07.042
- [10] Лахтин Ю.М., *Металловедение и термическая обработка металлов*. (Москва: Машгиз, 1955).
- [11] Романов Д.И., Громов В.Е., Будовских Е.А., Иванов Ю.Ф., *Усп. Физ. Мет.*, **16**(2), 119, 2015; doi: 10.15407/ufm.16.02.119
- [12] Zagulyaev D.V., Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Petrikova E.A., Teresov A.D., Konovalov S.V., Semin A.P., *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1115**, 032021, **2018**; doi: 10.1088/1742-6596/1115/3/032021
- [13] Romanov D., Sosnin K., Pronin S., Konovalov S., Moskovskii S., Gromov V., Ivanov Y., Bataev V., Semin A., *Surf. Coat. Technol.*, **409**, 126895, 2021; doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126895
- [14] Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Romanov D.A., Ivanova O.V., Rubannikova Yu.A., *J. Surf. Invest.*, **15**(1), 200, 2021; doi: 10.1134/S1027451021010080
- [15] Ivanov Y.F., Gromov V.E., Romanov D.A., Ivanova O.V., Teresov A.D., *Steel. Steel Transl.*, **50**, 452, 2020; doi: 10.3103/S0967091220070062
- [16] Cherenda N.N., Shymanski V.I., Uglov V.V., Astashinskii V.M., Kuz'mitskii A.M., Koval N.N., Ivanov Yu.F., Teresov A.D., *Inorg. Mater. Appl. Res.*, **3**(5), 365, 2012; doi: 10.1134/S2075113312050024
- [17] Uglov V.V., Kudaktsin R.S., Petukhou Yu.A., Kvasov N.T., Punko A.V., Astashynski V.M., *Appl. Surf. Sci.*, **258**(19), 7377, 2012; doi: 10.1016/j.apsusc.2012.04.035
- [18] Uglov V.V., Sari A.H., Astashynski V.M., Kuzmitski A.M., Petukhov Y.A., *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, **65**, 10801, 2014; doi: 10.1051/epjap/2013130342
- [19] Shymanski V.I., Cherenda N.N., Uglov V.V., Astashynski V.M., Kuzmitski A.M., *Surf. Coat. Technol.*, **278**, 183, 2015; doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.08.014
- [20] Rotshtein V.P., Kolubaeva Y.A., Mei X., Markov A.B., Naiden E.P., Oskomov K.V., Pryadko E.L., Teresov A.D., Shulepov I.A., Shulov V.A., *Tech. Phys. Lett.*, **38**, 780, 2012; doi: 10.1134/S1063785012090118
- [21] Markov A.B., Yakovlev E.V., Shepel' D.A., Petrov V. I., Bestetti M., *Russ. Phys J.*, **60**, 1455, 2017; doi: 10.1007/s11182-017-1235-z
- [22] Rotshtein V.P., Ivanov Y.F., Kolubaeva Y.A., Mei X., Markov A.B., Naiden E.P., Ozur G.E., Oskomov K.V., Popov S.A., Pryadko E.L., Teresov A.D., Shulov V.A., *Tech. Phys. Lett.*, **37**, 226, 2011; doi: 10.1134/S1063785011030126
- [23] Markov A.B., Mikov A.V., Ozur G.E., Padei A. G., *Instrum. Exp. Tech.*, **54**, 862, 2011; doi: 10.1134/S0020441211050149
- [24] Ivanov Y.F., Petrikova E.A., Ivanova O.V., Ikonnikova I.A., Teresov A.D., Shugurov V.V., Krysina O.V., *Russ. Phys. J.*, **58**, 366, 2015; doi: 10.1007/s11182-015-0508-7
- [25] Ivanov Y.F., Petrikova E.A., Ivanova O.V., Ikonnikova I.A., Teresov A.D., Shugurov V.V., Krysina O.V., *Russ. Phys. J.*, **58**, 373, 2015; doi: 10.1007/s11182-015-0509-6
- [26] Zolotarevsky V.S., Belov N.A., Glazoff M.V., *Casting Aluminium Alloys*, (Elsevier, 2007); doi: 10.1016/B978-0-08-045370-5.X5001-9
- [27] Белов Н. А., Савченко С. В., Хван А. В., *Фазовый состав и структура силуминов*. (Москва: МИСИС, 2008).
- [28] Brandt R., Bender W., Grün G.U., Neuer G., *In Continuous Casting: Proceedings of the International Conference on Continuous Casting of Non-Ferrous Metals*, (John Wiley & Sons, 2006); doi: 10.1002/9783527607969.ch23

- [29] Григорьев И.С., Мейлихов Е.З., *Физические величины, Справочник*. (Москва: Энергоатомиздат, 1991).
- [30] Sarychev V., Nevskii S., Konovalov S., Granovskii A., Ivanov Yu., Gromov V., *Mater. Res. Express*, **6**, 026540, 2019; doi: 10.1088/2053-1591/aaec1f
- [31] Harrison R. W., Lee W. E., *Adv. Appl. Ceram.*, **115**(5), 294, 2016; doi: 10.1179/1743676115Y.00000000061
- [32] Shugurov V.V., Koval N.N., Krysina O.V., Prokopenko N.A., *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1393**, 012131, 2019; doi: 10.1088/1742-6596/1393/1/012131
- [33] Krysina O.V., Ivanov Yu.F., Prokopenko N.A., Shugurov V.V., Petrikova E.A., Denisova Yu.A., Tolkachev O.S., *Surf. Coat. Technol.*, **387**, 125555, 2020; doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125555
- [34] Devyatkov V.N., Koval N.N., Grigoriev S.V., Teresov A.D., *High Temp. Mater. Processes*, **17**, 187, 2013; doi: 10.1615/HighTempMatProc.2015013827
- [35] Akhmadeev Yu.H., Grigoriev S.V., Koval N.N., Schanin P.M., *Laser Part. Beams*, **21**, 249, 2003; doi: 10.1017/S0263034603212131
- [36] Koval N.N., Grigoryev S.V., Devyatkov V.N., Teresov A.D., Schanin P.M., *IEEE Trans. Plasma Sci.*, **37**, 1890, 2009; doi: 10.1109/TPS.2009.2023412
- [37] Chen S.H., Cho D.H., Kocamustafaogullary G., *Intern. J. Heat Mass Transfer.*, **26**, 621, 1983; doi: 10.1016/0017-9310(83)90012-1
- [38] Comsol Multiphysics, Heat Transfer Module User's Guide, Version 5.0. [online]; <https://doc.comsol.com/5.4/doc/com.comsol.help.heat/HeatTransferModuleUsersGuide.pdf>