

На правах рукописи



Филимонов Семён Юрьевич

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И
СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СТАЛИ 45,
МОДИФИЦИРОВАННОЙ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО
ЛЕГИРОВАНИЯ И ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ**

Специальность 01.04.07. – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Томск 2012

Работа выполнена в Учреждении Российской академии наук
Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН и
ФГБОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет»

Научный руководитель:	доктор физико-математических наук, доцент Иванов Юрий Федорович
Научный консультант	доктор технических наук, Хасанов Олег Леонидович
Официальные оппоненты:	доктор технических наук, профессор Ремнев Геннадий Ефимович
	доктор физико-математических наук, профессор Клопотов Анатолий Анатольевич
Ведущая организация:	Учреждение Российской академии наук Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Защита состоится «22» февраля 2012 года в 15 часов на заседании совета по защите докторских и кандидатских диссертация Д 212.269.02 при ФГБОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050, Томск, пр. Ленина, 30.

С диссертацией можно ознакомиться в Научно-технической библиотеке ФГБОУ ВПО НИ ТПУ по адресу: г. Томск, ул. Белинского, 55.

Автореферат разослан «.....» января 2012 г.

Ученый секретарь совета по защите
докторских и кандидатских
диссертация Д 212.269.02

д.ф.-м.н.



М.В. Коровкин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Воздействие на металлы плазменных струй, получаемых при электрическом взрыве проводников, применяется для поверхностного легирования. Суть метода состоит в нагреве поверхности обрабатываемого материала и насыщении ее продуктами взрыва с последующей самозакалкой путём отвода тепла преимущественно вглубь металла. Продукты электрического взрыва включают как плазменный компонент, так и конденсированные частицы различной дисперсности. При формировании струи ее фронт образует плазменный компонент, конденсированные же частицы, обладая большей инертностью, располагаются в тылу струи. Это приводит не только к поверхностному легированию (ЭВЛ), но и формированию высокопористого, структурно- и фазово-неоднородного покрытия, что существенно снижает служебные характеристики обработанной детали. Как правило, данное покрытие удаляется путем дополнительной механической обработки детали, что приводит к существенной потере легирующих элементов. Использование методов, основанных на обработке поверхности концентрированными потоками энергии (к примеру, интенсивные низкоэнергетические электронные пучки), позволяет, переплавляя нанесенное электровзрывным методом покрытие и поверхностный слой подложки, не только избавиться от недостатков метода электровзрывного легирования, но и улучшить структурно-фазовое состояние и прочностные свойства обрабатываемой поверхности.

Тема диссертации соответствует направлению «Технологии получения и обработки конструкционных наноматериалов» «Перечня критических технологий РФ». Исследования проводились в соответствии с Программой СО РАН «Наноструктурные слои и покрытия: оборудование, процессы, применение», Проекты П.7.4.1. «Научные основы разработки электронно-ионно-плазменного оборудования для создания наноструктурных слоев и покрытий» и П.7.4.2. «Исследование закономерностей и механизмов электронно-ионно-плазменного формирования наноструктурных слоев и покрытий», Программой фундаментальных исследований Президиума РАН «Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов» Проект «Физические основы электронно-пучковой наноструктуризации металлов и сплавов», поддержаны грантами РФФИ (№08-02-00024-а, 08-02-12012-офи) и грантом «УМНИК» Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

Цель и задачи исследования. Работа посвящена выявлению и анализу закономерностей формирования фазового состава, дефектной субструктуры и свойств поверхностных слоёв стали 45 в условиях комбинированной обработки, сочетающей электровзрывное легирование алюминием или медью и последующую обработку высокоинтенсивным электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия.

Для достижения цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Осуществить комбинированную обработку стали 45, заключающуюся в легировании поверхности образца продуктами электрического взрыва алюминиевой или медной фольги и последующей обработке высокоинтенсивным электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия.
2. Провести анализ эволюции элементного и фазового состава, состояния дефектной субструктуры поверхностного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке
 - в зависимости от параметров облучения электронным пучком,
 - в зависимости от расстояния до поверхности комбинированной обработки.
3. Выполнить сравнительный анализ и выявить особенности и закономерности формирования структурно-фазового состояния и элементного состава стали 45, подвергнутой электровзрывному легированию алюминием или медью и последующей электронно-пучковой обработке.
4. Провести исследования прочностных свойств путем определения микротвёрдости и износостойкости поверхностного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке.
5. На основании совокупности полученных результатов выявить оптимальные режимы комбинированной обработки стали 45.
6. Основываясь на результатах качественного и количественного анализа фазового и элементного состава, состояния дефектной субструктуры, выявить механизмы упрочнения стали 45, подвергнутой комбинированной обработке.

Научная новизна. Выполнена обработка поверхности стали 45, сочетающая электровзрывное легирование алюминием или медью и последующее облучение высокоинтенсивным электронным пучком.

Выполнены комплексные исследования и установлено, что при оптимальном режиме электронно-пучковой обработки поверхности электровзрывного легирования в поверхностном слое стали 45 формируется многофазная структура субмикро- и наноразмерного диапазона, представленная кристаллами мартенсита пакетной и пластинчатой морфологии, прослойками остаточного аустенита, частицами алюминидов железа различного состава, частицами меди, окиси алюминия и меди.

Выявлено кратное увеличение твердости поверхностного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке. Выполнен анализ физической природы повышения прочности стали 45, подвергнутой комбинированной обработке, и выявлены механизмы, ответственные за ее упрочнение.

Практическая значимость работы. Выявлены оптимальные режимы, комбинированной обработки стали 45, сочетающей электровзрывное легирование медью или алюминием и последующее облучение электронным пучком, позволяющие существенно модифицировать структуру

(формировать в поверхностном слое субмикро- и нанокристаллическое многофазное состояние) и кратно (в 3...5 раз) повысить прочностные свойства поверхностного слоя стали.

Разработан способ формирования многофазной структуры нано- и субмикрокристаллического размера (20...300 нм) из несмешиваемых в равновесных условиях элементов (железо-медь), заключающийся в электровзрывном жидкофазном легировании (например, легирование стали 45 медью) с последующим импульсным плавлением легированного слоя высокоинтенсивным импульсным электронным пучком субмиллисекундной длительности.

Достоверность полученных результатов обусловлена физически правильной постановкой цели и задач, решаемых в работе; комплексным подходом к решению поставленных задач с использованием современных, хорошо апробированных методов и методик оптической, сканирующей и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, микротвёрдости и износостойкости; применением методов статистической обработки результатов исследования; сопоставлением результатов, полученных в работе, с результатами, опубликованными в Российских и зарубежных научных изданиях.

Личный вклад автора заключается в совместном с научным руководителем определении цели и постановке задач исследований; участии в электровзрывном легировании и электронно-пучковой обработке образцов стали 45; планировании экспериментов и непосредственном участии в получении основного массива экспериментальных результатов, изложенных в диссертации; анализе полученных результатов; формулировке выводов и положений, выносимых на защиту; написании статей по теме диссертации.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Комбинированная обработка поверхности стали 45, сочетающая электровзрывное легирование алюминием и последующую электронно-пучковую обработку в оптимальном режиме ($E_s = 20 \pm 2$ Дж/см², $\tau = 50$ мкс, $N = 10$ имп., $f = 0,3$ с⁻¹) приводит к формированию упрочненного слоя толщиной до 40 мкм с максимальной твердостью на поверхности 8 ГПа, что в свою очередь способствует повышению износостойкости в 4,7 раза по сравнению с износостойкостью исходной стали 45.

2. Предложен способ формирования нано- и субмикрокристаллической (размер кристаллитов 20...300 нм) многофазной структуры, заключающийся в электровзрывном жидкофазном легировании стали несмешиваемыми компонентами (например, легирование стали 45 медью) с последующим импульсным плавлением легированного слоя высокоинтенсивным импульсным электронным пучком субмиллисекундной длительности.

3. Комбинированная обработка поверхности стали 45, сочетающая электровзрывное легирование медью и последующее импульсное электронно-пучковое плавление в оптимальном режиме ($E = 30 \pm 3$ Дж/см², $\tau = 50$ мкс, $N = 10$ имп., $f = 0,3$ с⁻¹) позволяет повысить микротвердость поверхности легирования до 12 ГПа, увеличить износостойкость в ~3 раза по

сравнению с износостойкостью исходной стали 45, при толщине упрочненного слоя до 20 мкм.

4. Выявленные на основе проведенного анализа элементного и фазового состава, состояния дефектной субструктуры поверхностного слоя стали 45 факторы, ответственные за высокие прочностные свойства материала, подвергнутого комбинированной обработке.

Апробация результатов исследования. Результаты диссертационной работы представлялись на Четвертой всероссийской конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем», Россия, Томск, 22–25 апреля 2008 г.; II Международной школе-конференции молодых ученых «Физика и химия наноматериалов» 12–16 октября 2009 г.; Пятнадцатой Всероссийской научной конференции студентов–физиков и молодых учёных ВНКСФ-15, 26 марта – 2 апреля 2009 г., Кемерово-Томск; IX Всероссийской школе-семинаре «Новые материалы. Создание, структура, свойства-2009» 9 – 11 июня, Томск; VI Международной конференции студентов и молодых учёных «Перспективы развития фундаментальных наук»; 14th International Conference on Radiation Physics and Chemistry of Inorganic Materials, Astana, 6–9 October, 2009 г.; Всероссийской конференции «Физика и химия высокоэнергетических систем», 14–17 апреля 2010 г., Томск; 10th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Томск, Россия, 19–24 сентября 2010 г., VII Международной конференции студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» 20–23 апреля 2010 г., Томск, Россия.

Публикации. Основные результаты диссертации опубликованы в 10 статьях, 7 из которых в журналах из перечня ВАК, 1 главе монографии, 16 тезисах докладов на конференциях, семинарах, симпозиумах, совещаниях, школах и чтениях.

Структура и объем работы. Диссертация включает в себя введение, 4 раздела, выводы и список цитируемой литературы; изложена на 203 страницах; содержит 89 рисунков и 5 таблиц. Библиографический список состоит из 177 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследований, сформулированы цель и задачи исследований, научная новизна работы и её практическая значимость, проведен краткий обзор содержания диссертации, перечислены положения, выносимые на защиту.

Первый раздел «Модификация поверхности металлов и сплавов концентрированными потоками энергии» посвящён анализу современных методов обработки поверхности. Рассмотрены различные методы обработки поверхности, в том числе и комбинированные, описаны их физические принципы и представлены основные закономерности. Показано, что комбинированные методы обработки способны оказывать наиболее существенное влияние на структуру, фазовый состав и физико-механические свойства поверхности (микротвердость, износостойкость, коррозионная стойкость и др.). Сделано заключение, что особенно эффективными являются

комбинированные методики, включающие облучение импульсными низкоэнергетическими электронными пучками. На основании выполненного обзора литературы сформулированы цель и задачи исследования.

Во втором разделе *«Методы обработки, материал, методы и методики исследования»* детально описано оборудование и установки, использованные при комбинированной обработке углеродистой стали 45, а также аналитическое оборудование, которое применялось при проведении анализа структурно-фазового состояния материала и исследовании его физико-механических свойств. Исходно (перед модификацией поверхности) сталь 45 находилась в отожженном состоянии (зерна феррита и зерна перлита пластинчатой морфологии). Электровзрывное легирование поверхности стали 45 осуществляли на установке ЭВУ 60/10; кратко рассмотрены метод электровзрывного легирования, принцип действия и основные технические характеристики установки ЭВУ 60/10. Электронно-пучковую обработку поверхности электровзрывного легирования осуществляли на установке «СОЛО». Описаны назначение, параметры и основные технические характеристики вакуумной импульсной электронно-пучковой установки «СОЛО».

Исследования элементного и фазового состава, состояния дефектной субструктуры модифицированного слоя стали 45 осуществляли методами оптической, сканирующей и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии, рентгенофазового анализа с использованием следующих приборов: металлографический микроскоп OLYMPUS GX71, растровый электронный микроскоп Philips SEM-515, просвечивающие электронные микроскопы JEOL JEM-2100F и ЭМ-125, дифрактометр XRD 6000. Даны основные характеристики аналитического оборудования, на котором проводились исследования, кратко рассмотрены методы анализа структурно-фазового состояния материала, описан метод пробоподготовки образцов для просвечивающей электронной микроскопии. Формирующиеся при комбинированной обработке свойства поверхностного слоя характеризовали, изучая микротвердость (определяли микротвердость поверхности обработки и строили профили микротвердости) и износостойкость стали (изложены методики измерения данных характеристик).

В третьем разделе *«Структура и свойства углеродистой стали, подвергнутой электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке»* представлены результаты анализа, выявленные закономерности и особенности состояния элементного и фазового состава, дефектной субструктуры стали 45 после комбинированной обработки, сочетающей электровзрывное легирование алюминием и последующую электронно-пучковую обработку, а также результаты, полученные при измерении микротвердости и износостойкости образцов. Установлено, что на поверхности стали 45 после электровзрывного легирования формируется неоднородный слой, характеризующийся наличием пор, микротрещин, микрокапель алюминия (рис. 1, а). Последующая электронно-пучковая обработка (ЭПО) приводит к выглаживанию поверхности и формированию

сетки микротрещины (рис. 1, б), которые, судя по характерному изображению структуры травленного косого шлифа приповерхностного слоя стали, формирующегося в результате комбинированной обработки (рис. 2), являются не глубокими и служат для релаксации механических напряжений.

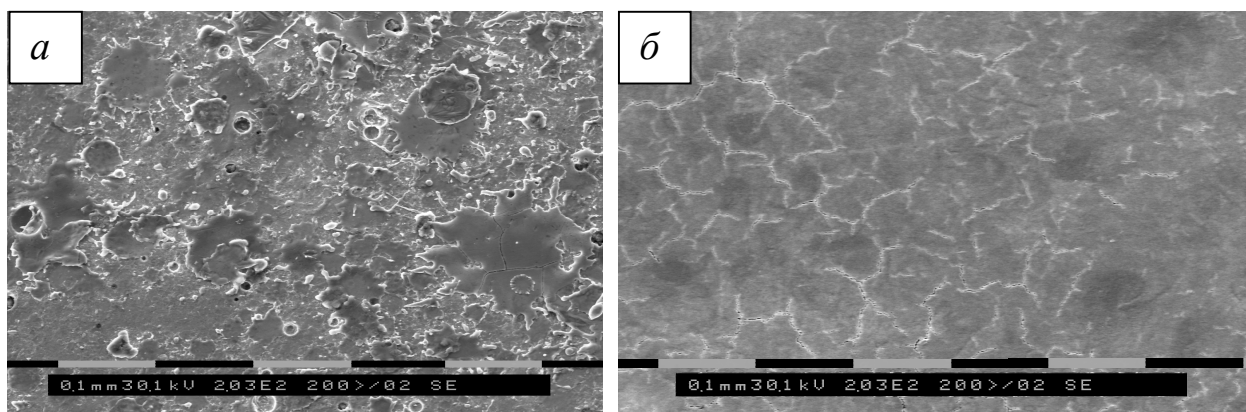


Рис. 1. Структура поверхности стали 45 после электровзрывного алитирования (а) и последующей ЭПО (б).

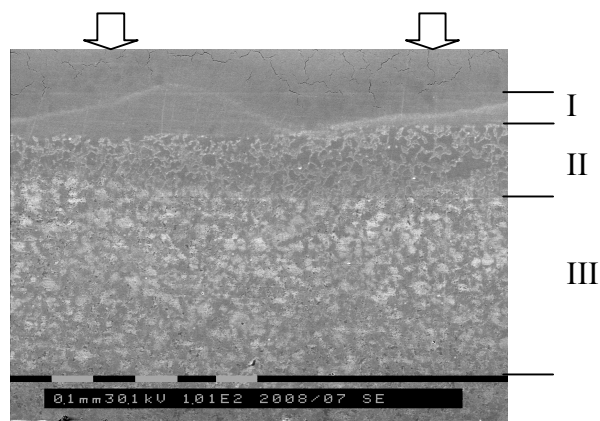


Рис. 2. Структура поперечного косого шлифа стали 45 после ЭВЛ и электронно-пучковой обработки (20 Дж/см^2 ; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; 10 имп.); I – зона кристаллизации расплава; II – зона перезакалки; III – зона термического влияния (сохраняется феррито-перлитная структура). Стрелками указана поверхность обработки.

Электровзрывное легирование приводит к формированию многослойной структуры. По морфологическому признаку приповерхностный слой стали условно можно разделить на три зоны: поверхностная, переходная и основная, обозначенные на рис. 2 соответственно I, II и III. Толщина поверхностной зоны $\sim 10 \text{ мкм}$, формируется она, очевидно, в результате кристаллизации расплава. При анализе поверхности электронно-пучковой обработки (20 Дж/см^2 ; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; 10 имп.) выявляется равноосная структура ячеистой кристаллизации, средние размеры ячеек $d = 250 \text{ нм}$ (рис. 3, а). Увеличение количества импульсов электронно-пучковой обработки до 200 приводит к формированию структуры дендритной кристаллизации с осями первого и второго порядка; средние размеры кристаллитов возрастают до $d = 650 \text{ нм}$. Данные факты однозначно указывают на снижение скорости охлаждения расплава при увеличении

количества импульсов воздействия пучка электронов. При анализе поверхностного слоя методом косого травленного шлифа выявляется ультрадисперсная игольчатая структура, характерное изображение которой приведено на рис. 3, б.

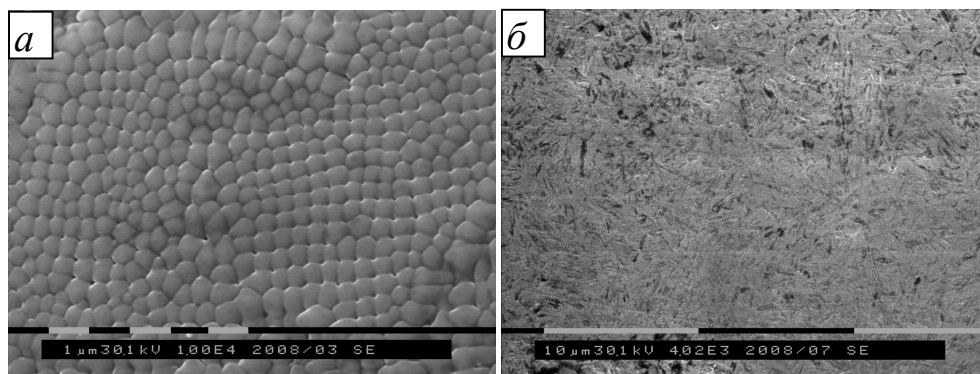


Рис. 3. Структура поверхности (а) и поперечного косого шлифа (б) стали 45 после ЭВЛ алюминием и последующей электронно-пучковой обработки (20 Дж/см^2 ; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; 10 имп.).

Методом микрорентгеноспектрального анализа выполнены исследования распределения алюминия в поверхностном слое стали 45. Выявлено формирование легированного слоя толщиной до 20 мкм (рис. 4, кривая 1). Показано, что концентрация алюминия снижается по мере удаления от поверхности вглубь образца; установлено снижение концентрации алюминия в поверхностном слое и при увеличении количества импульсов электронно-пучковой обработки (рис. 4).

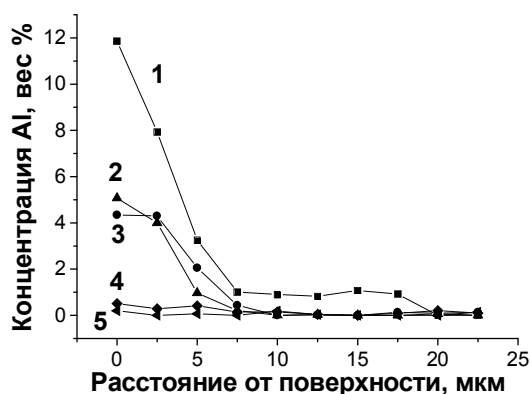


Рис. 4. Распределение концентрации алюминия по глубине в зависимости от количества импульсов электронно-пучковой обработки (20 Дж/см^2 ; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$):

1 – 2; 2 – 10; 3 – 5; 4 – 100; 5 – 200 имп.

Измерения микротвердости позволили выявить факт существенного упрочнения поверхностного слоя (до 4 крат по сравнению с исходной сталью) в ходе комбинированной обработки (рис. 5). Лучший результат наблюдается при следующем режиме электронно-пучковой обработки $E = 20 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; $N = 10 \text{ имп.}$

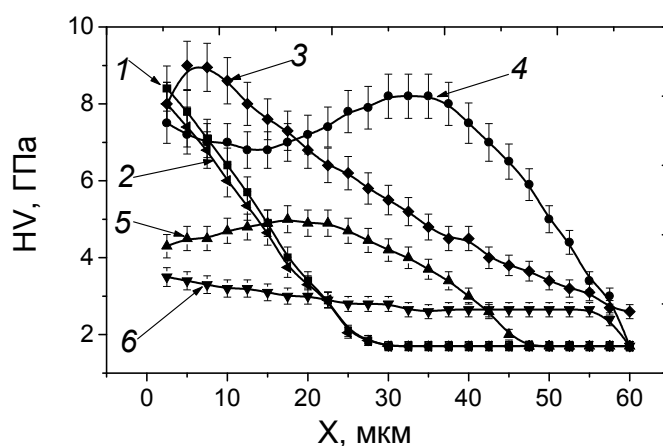


Рис. 5 Профили микротвердости стали 45 после ЭВЛ алюминием и последующей электронно-пучковой обработки:
 кривая 1 – после электровзрывного легирования алюминием, 2 – после электронно-пучковой обработки (12 Дж/см^2 ; 50 мкс; $0,3 \text{ с}^{-1}$, 5 имп.), кривые 3–6 – после электровзрывного легирования алюминием и электронно-пучковой обработки при различном количестве импульсов воздействия электронного пучка (20 Дж/см^2 ; 50 мкс; $0,3 \text{ с}^{-1}$); кривая 3 – N = 100 имп.; 4 – 10 имп.; 5 – 50 имп.; 6 – 200 имп.

Методами электронной дифракционной микроскопии выполнены исследования фазового состава и дефектной субструктуры поверхностного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке (20 Дж/см^2 ; 50 мкс; $0,3 \text{ с}^{-1}$) при вариации количества импульсов облучения. Установлено, что после 10 имп. воздействия основной является α -фаза (твердый раствор алюминия и углерода в ОЦК железе). α -фаза является поликристаллом, в $\sim 50 \%$ зерен которого присутствуют пластинчатый мартенсит и остаточный аустенит (рис. 6, а). Очевидно, что наличие зерен α -фазы связано с морфологически двухкомпонентной структурой исходного материала – присутствием зерен перлита и зерен структурно свободного феррита. Сверхвысокие скорости нагрева и охлаждения поверхностного слоя стали не приводят к полномасштабной выравнивающей диффузии углерода. В объемах материала, формируемых на базе исходных зерен перлита, в результате скоростной закалки реализуется мартенситное превращение с образованием не характерного для стали 45 пластинчатого мартенсита (мартенсита, формирующегося при закалке высокоуглеродистых сталей), содержащего островки остаточного аустенита. После 50 импульсов воздействия электронного пучка в поверхностном слое формируется зеренно-субзеренная структура на основе α -фазы. По границам зерен и субзерен располагаются прослойки γ -фазы (остаточный аустенит). Отсутствие мартенситной структуры приводит к существенному снижению микротвердости поверхностного слоя стали после данного режима облучения (рис. 5, кривая 5). После 100 импульсов воздействия электронного пучка в поверхностном слое стали выявляются пластинчатый (преимущественно) и пакетный мартенсит, остаточный аустенит (прослойки, островки и зерна),

зерна феррита и зерна «псевдоперлита». Формирование мартенситной структуры вновь приводит к существенному увеличению микротвердости поверхностного слоя стали (рис. 5, кривая 3). После 200 импульсов воздействия электронного пучка в поверхностном слое стали наблюдается зеренно-субзеренная структура на основе α -железа и зерна «псевдоперлита».

В структуре поверхностного слоя стали обнаружены выделения алюминидов железа. После 10 импульсов обработки электронным пучком присутствуют частицы Al_5Fe_2 (рис. 6, б), по мере увеличения количества импульсов воздействия состав алюминидов расширяется, однако объемная доля частиц снижается. При $N = 200$ имп. обнаруживаются алюминиды состава $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$; Al_5Fe_2 ; Al_2Fe ; AlFe_3 .

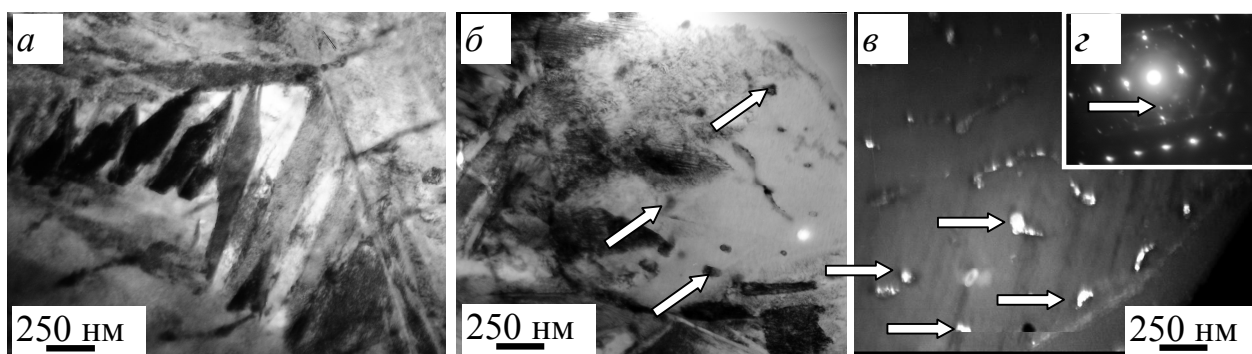


Рис. 6. Структура поверхностного слоя стали 45, подвергнутой электровзрывному алитированию и последующей обработке импульсным электронным пучком (20 Дж/см^2 ; 50 мкс ; $0,3 \text{ с}^{-1}$, 10 имп.); а, б – светлые поля; в – темное поле, полученное в рефлексе $[002]\text{Al}_5\text{Fe}_2$; г – микроэлектронограмма (рефлекс, в котором получено темное поле, указан стрелкой). На (б) и (в) стрелками указаны частицы алюминида.

Выполнены измерения и осуществлен анализ износостойкости стали 45 до и после электровзрывного легирования алюминием и электронно-пучковой обработки (табл. 1). По изменению площади поперечного сечения трека выявлено увеличение износостойкости поверхностного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке, в 4,7 раза по сравнению с исходной сталью.

Таблица 1. Площадь поперечного сечения трека износа, формирующегося на поверхности образца в ходе испытаний на высокотемпературном трибометре (температура испытания комнатная).

Номер образца	1	2	3
Площадь поперечного сечения трека износа, мкм^2	3843	1237	823

Примечание: 1 – сталь 45 в исходном состоянии; 2 – сталь 45 после электровзрывного легирования алюминием; 3 – сталь 45 после комбинированной обработки (20 Дж/см^2 ; 50 мкс ; $0,3 \text{ с}^{-1}$, 10 имп.).

В четвертом разделе «Структура и свойства стали 45, подвергнутой электровзрывному легированию медью и последующей электронно-пучковой

обработке» рассмотрены результаты изучения структуры и фазового состава стали 45 после электровзрывного легирования медью и последующей электронно-пучковой обработки, выявленные методами оптической, сканирующей, просвечивающей электронной микроскопии, результаты измерения микротвердости и износостойкости образцов до и после обработки.

В результате выполненных исследований обнаружено, что одновременно с легированием на обрабатываемой поверхности формируется покрытие переменной толщины, содержащее большое количество микрокапель. Размеры капель изменяются в пределах от 1 до 20 мкм (рис. 7, а). В отдельных случаях выявляются микрократеры и микротрещины.

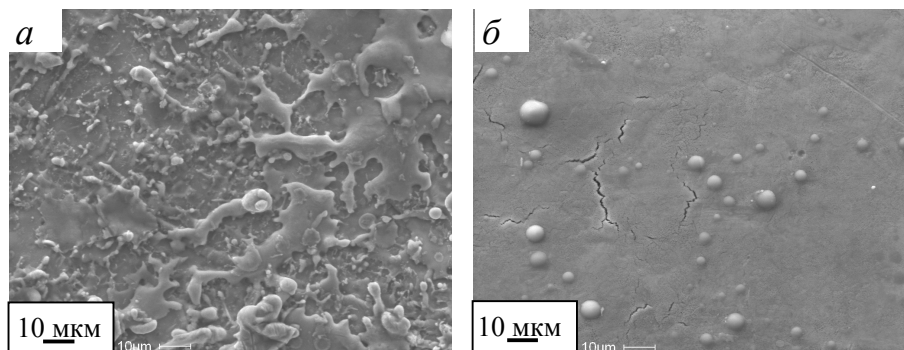


Рис. 7. Структура поверхности образца стали, формирующаяся после электровзрывного легирования медью (а) и комбинированной обработки (б).

Сканирующая электронная микроскопия.

Наличие многочисленных микрокапель на поверхности легирования обусловлено тем, что продукты электрического взрыва металлической фольги представляют собой многофазную систему, состоящую из металлической плазмы и микрокапельной фракции. Электронно-пучковая обработка позволяет преимущественно путем высокоинтенсивного термического воздействия осуществить скоростную гомогенизацию поверхностного слоя, не изменяя элементный состав материала.

В результате выполненных исследований установлено, что плавление поверхностного слоя образца (слоя, подвергнутого электровзрывному легированию) фиксируется при плотности энергии пучка электронов $E_s \sim 15$ Дж/см². С одной стороны, это приводит к удалению микрократеров и наплывов меди, с другой – к формированию многочисленных капель меди сферической формы, размеры которых изменяются в пределах от 1 до 12 мкм (рис. 7, б).

Высокоскоростная кристаллизация расплава приводит к формированию дендритной структуры. Установлено, что строение дендритов зависит от плотности энергии пучка электронов (рис. 8). При обработке стали электронным пучком с плотностью энергии пучка электронов (15...20 Дж/см²) формируется преимущественно дендритная структура с осями первого порядка (на поверхности облучения наблюдается так называемая структура ячеистой кристаллизации) (рис. 8, а); при большей плотности энергии пучка электронов дендриты имеют оси первого и второго порядка

(рис. 8, б). Очевидно, что строение дендритной структуры определяется скоростью охлаждения расплава.

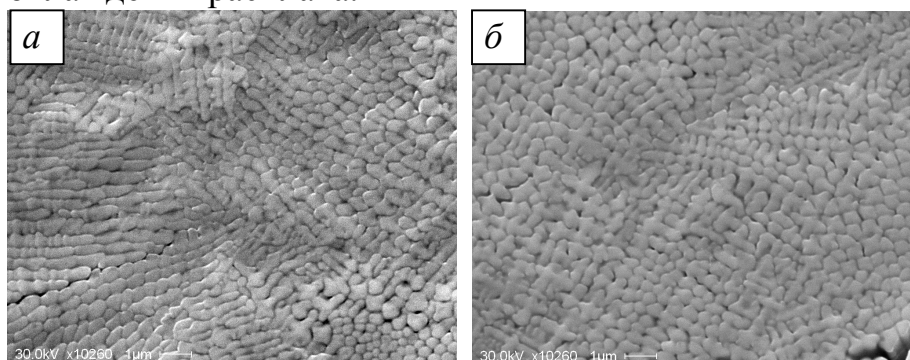


Рис. 8. Изображение структуры дендритной кристаллизации стали 45, подвергнутой электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке при $E = 20$ Дж/см² (а) и $E = 30$ Дж/см² (б).

Градиент концентрации меди модифицированной стали 45 представлен на рис. 9. Отчетливо видно, что содержание атомов меди в поверхностном слое стали изменяется немонотонным образом, достигая максимального значения на поверхности легирования. При этом с увеличением плотности энергии пучка электронов концентрация меди в поверхностном слое снижается. Относительно низкое значение концентрации меди в поверхностном слое стали, фиксируемое при плотности энергии пучка электронов 30 Дж/см², очевидно, связано с интенсификацией процесса испарения меди, формирующей покрытие, образовавшееся при электровзрывном легировании. Толщина легированного слоя составляет ~12 мкм.

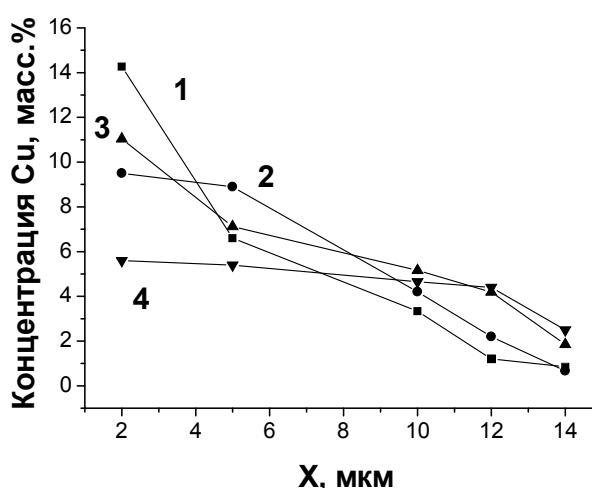


Рис. 9. Градиент концентрации меди в стали 45, подвергнутой электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке при плотности энергии пучка электронов E_s , Дж/см²: 15 (1); 20 (2); 25 (3); 30 (4).

Измерения микротвердости позволили выявить упрочнение поверхностного слоя (до 2 раз по сравнению со сталью после ЭВЛ) в ходе

комбинированной обработки (табл. 2). Лучший результат наблюдается в режиме $E = 30 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; $N = 10$ импульсов.

Таблица 2. Микротвердость (ГПа) образцов стали 45, подвергнутых ЭВЛ и последующей импульсной ЭПО

Режим	Глубина, мкм								
	0	2,5	5	10	15	20	25	30	35
1	5,75	6,15	6,95	7,25	5,6	4,2	3,25	2,85	2,55
2	4,65	7,6	8,1	8	5,65	4	2,9	2	2
3	11,2	7,5	8	6	4,9	3,55	2,55	2,05	2
4	8,7	6,5	6,75	7	6,25	5	4	3	2,45
5	12,6	9,2	9,5	9,2	7,3	5,9	4,6	3,7	3

Примечание. Режимы: 1 – после ЭВЛ, 2 – 5 после ЭВЛ и ЭПО в режиме: $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$, $N = 10$ имп., E_s : 2 – 15 Дж/см², 3 – 20 Дж/см², 4 – 25 Дж/см², 5 – 30 Дж/см²

В результате выполненных исследований методами просвечивающей электронной микроскопии установлено, что на поверхности обработки формируется нанокристаллический слой, размер кристаллитов которого изменяется в пределах 20...30 нм (рис. 10, а, б). Индицирование микроэлектроннограммы, полученной с данного слоя (рис. 10, в), позволяет заключить, что он образован кристаллитами оксида меди состава CuO.

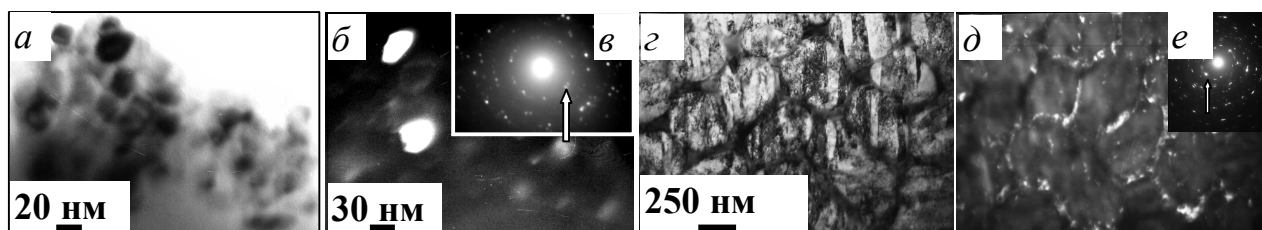


Рис. 10. Структура поверхностного слоя стали 45 (а-в) и слоя расположенного на глубине 3...5 мкм (г-е): а, г – светлое поле; б, д – темные поля, полученные в рефlekсах [002] CuO (б) и [111] Cu (д); в, е – микроэлектроннограммы (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле).

В слое толщиной ~10 мкм, прилегающем к данному поверхностному слою, структура стали сформирована ячейками (дендритами) высокоскоростной кристаллизации (рис. 10, г). Размер ячеек изменяется в пределах 300...500 нм. Ячейки кристаллизации разделены прослойками второй фазы (рис. 10, д). Толщина прослоек изменяется в пределах 30...60 нм. В стыках границ ячеек прослойки трансформируются в образования округлой формы, размеры которых могут достигать 150...200 нм. Индицирование микроэлектроннограммы (рис. 10, е), полученной с ячеистой структуры, позволило выявить фазовый состав ячеек. Было установлено, что объем ячеек сформирован α-фазой (твёрдый раствор на основе ОЦК железа). Прослойки, разделяющие ячейки, являются многофазными образованиями. Основными фазами, располагающимися вдоль границ ячеек, являются медь

оксиды меди состава CuO и Cu_2O , а также соединения Fe_2CuO_4 и CuFeO_2 . На рис. 10, д на границе раздела ячеек видны прослойки меди, о чем свидетельствуют рефлексy данной фазы, присутствующие на микроэлектроннограмме (рис. 10, е).

Выполнен рентгеноструктурный анализ образцов стали 45 после ЭВЛ и ЭПО обработки в многоимпульсном режиме $E = 20 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $f = 0,3 \text{ с}^{-1}$; $N=5\text{--}50 \text{ имп.}$ Полученные результаты представлены на рис. 11 и в табл. 3.

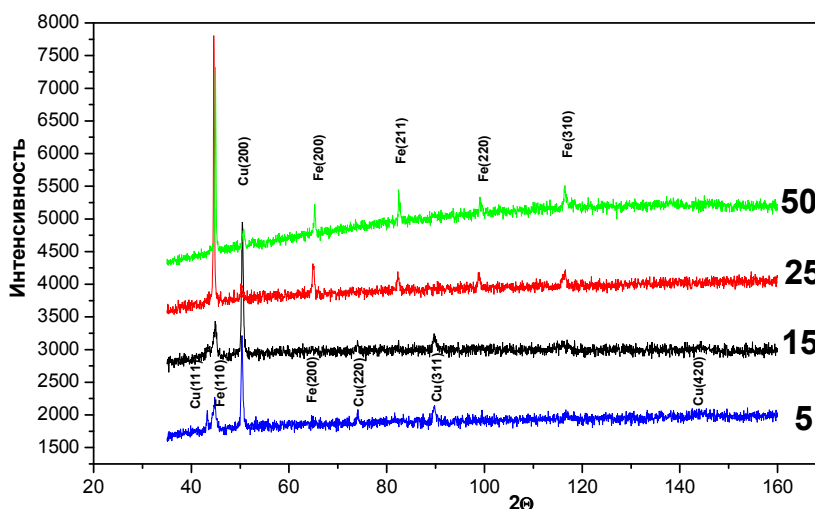


Рис. 11. Участок рентгенограммы образцов стали 45, подвергнутой комбинированной обработке (указано количество импульсов облучения)

На основании результатов, представленных на рис. 11 и в табл. 3, можно говорить, во-первых, о легировании поверхностного слоя стали медью и, во-вторых, об отсутствии соединений Fe–Cu в поверхностном слое толщиной $\sim 10 \text{ мкм}$.

Таблица 3. Объемная доля меди в образцах стали 45, подвергнутой комбинированной обработке

Количество импульсов воздействия пучка электронов	5	15	25	50
Объемная доля меди, %	74,0	69,0	6,4	9,0

Выполнены исследования и осуществлен анализ изменения износостойкости стали 45 после электровзрывного легирования медью и электронно-пучковой обработки в различных режимах облучения (табл. 4). По относительному изменению площади поперечного сечения канавки износа стали выявлено увеличение износостойкости поверхностного слоя обработанной стали в ~ 5 раз по сравнению с исходной сталью.

Таблица 4. Результаты испытания на износостойкость стали 45, подвергнутой ЭВЛ медью и обработанной электронным пучком (20 Дж/см^2 ; 50 мкс ; $0,3 \text{ с}^{-1}$), полученные с помощью высокотемпературного трибометра.

Количество импульсов облучения	5	10	15
Площадь поперечного сечения канавки износа стали, мкм^2	1820	1996	1348

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработан способ комбинированной обработки стали 45, сочетающий электровзрывное легирование алюминием и последующую электронно-пучковую обработку, обеспечивающий значительное (в 4 раза) повышение микротвёрдости и износостойкости (в 4,7 раза).

2. Разработан способ комбинированной обработки стали 45, сочетающей электровзрывное легирование медью и последующую электронно-пучковую обработку, обеспечивающий повышение микротвёрдости в 5–6 раз, износостойкости в 4,5 раза.

3. Показано, что фазовый состав поверхностных слоёв стали 45 после электровзрывного легирования алюминием и последующей ЭПО сформирован кристаллами мартенсита, прослойками остаточного аустенита, зёрнами и субзёрнами феррита и частицами алюминидов железа.

4. Установлено, что фазовый состав поверхности электровзрывного легирования медью и последующей ЭПО стали 45 в оптимальном режиме, обеспечивающем максимальное упрочнение поверхностного слоя, представлен α -железом (мартенсит) и γ -железом (островки и прослойки), медью и окислами меди.

5. Выявлено, что комбинированная обработка стали 45 приводит к росту толщины упрочнённого слоя. Микротвёрдость после электровзрывного легирования алюминием и ЭПО достигает $\sim 8 \text{ ГПа}$, а толщины упрочнённого слоя $\sim 45 \text{ мкм}$; после электровзрывного легирования медью $\sim 9 \text{ ГПа}$ и $\sim 15 \text{ мкм}$, соответственно. В исходном состоянии микротвёрдость стали 45 составляет 2 ГПа .

6. На основании количественного анализа структуры и фазового состава модифицированного слоя стали 45, подвергнутой комбинированной обработке, выполнены оценки и осуществлен анализ механизмов упрочнения. Показано, что упрочнение поверхностного слоя достигается за счет уменьшения размеров кристаллитов (зерен) α -железа, формирования закалочной структуры (мартенсит), выделения наноразмерных частиц вторых фаз (алиминидов железа, частиц меди и окислов меди), формирования твердых растворов на основе железа с присутствием атомов углерода, алюминия или меди.

Основные публикации по теме диссертации

1. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Филимонов С.Ю., Вострецова А.В., Будовских Е.А., Громов В.Е.* Модификация низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком поверхности стали, легированной электровзрывным методом // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2009. – №2. – С. 41–45.
2. *Филимонов С.Ю., Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Будовских Е.А., Вострецова А.В., Громов В.Е.* Структура и свойства поверхности электронно-пучковой обработки стали, подвергнутой электровзрывному алитированию // Изв. вузов. Физика. – 2009. – № 11/2. – С. 161–165.
3. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Филимонов С.Ю., Вострецова А.В., Будовских Е.А.* Импульсная электронно-пучковая модификация поверхности электровзрывного легирования углеродистой стали // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2009. – №10. – С.42–44.
4. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Филимонов С.Ю., Вострецова А.В., Будовских Е.А.* Формирование структуры и свойств стали при комплексной электровзрывной и электронно-пучковой обработке // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2008. – №12. – С.43–48
5. *Иванов Ю.Ф., Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А., Громов В.Е., Будовских Е.А.* Легирование поверхности углеродистой стали медью путем электрического взрыва проводника и последующей электронно-пучковой обработки // Известия Томского политехнического университета. – 2011. – Т.318. – №2. – С. 101–105.
6. *Иванов Ю.Ф., Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А., Громов В.Е., Будовских Е.А.* Структурно-фазовый анализ поверхностного слоя стали, подвергнутой электровзрывному легированию медью и последующей электронно-пучковой обработке // Известия Томского политехнического университета. – 2011. – Т.318. – №2. – С. 106–109.
7. *Иванов Ю.Ф., Филимонов С.Ю., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Коваль Н.Н., Вострецова А.В., Будовских Е.А., Громов В.Е.* Структурно-фазовое состояние поверхности электронно-пучковой обработки стали, подвергнутой электровзрывному алитированию // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2009. – №2. – С.119–123.
8. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Филимонов С.Ю., Вострецова А.В., Будовских Е.А., Коваль Н.Н., Громов В.Е.* Механизмы упрочнения, реализующиеся при электронно-пучковой обработке углеродистой стали, подвергнутой электровзрывному алитированию // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2009. – №3. – С. 95–99.
9. *С.Ю. Филимонов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов, Е.А. Будовских* Разработка комбинированного метода модификации поверхности стали 45 // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: Математика. Физика. – 2011. – №5. – С. 195–200.

10. *Иванов Ю.Ф., Тересов А.Д., Филимонов С.Ю., Будовских Е.Ф., Вострецова А.В., Коваль Н.Н., Громов В.Е.* Физическая природа повышения прочностных свойств углеродистой стали, подвергнутой электровзрывному легированию и последующей электронно-пучковой обработке // *Збірник наукових праць НУК*. Миколаїв: НУК, 2009. – №3 (426). – С. 55–62.
11. Закономерности и особенности формирования сплава железо-медь при комбинированной (электровзрывное легирование и облучение электронным пучком) обработке стали 45 / под ред. В.Е. Громова // *Формирование структурно-фазовых состояний металлов и сплавов при электровзрывном легировании и электронно-пучковой обработке* / *Иванов Ю.Ф., Филимонов С.Ю., Коваль Н.Н.* – Новокузнецк: Изд-во «Интер-Кузбасс», 2011. – Гл. 4. – С. 86-173
12. *Филимонов С. Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А., Иванов Ю.Ф.* Модификация поверхности электровзрывного легирования углеродистой стали импульсным электронным пучком // *Перспективы развития фундаментальных наук: Труды V Международной конференции студентов и молодых ученых*. Россия, Томск, 20–23 мая 2008г. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – С. 103–105.
13. *Филимонов С.Ю., Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Будовских Е.А., Вострецова А.В., Громов В.Е.* Импульсная финишная электронно-пучковая обработка полифункциональных покрытий // *Полифункциональные наноматериалы и нанотехнологии. Сборник статей, под ред. Г.Е. Дунаевского, В.В. Козика, В.И. Сырямкина, М.А. Гавриленко*. – Томск, 2008 – Т. 2. – С. 208–211.
14. *Ivanov Yu.F., Teresov A.D., Filimonov S.Yu., Koval N.N., Budovskih E.A., Vostretsova A.V., Gromov V.E.* Electroexplosive and Electron Beam Combined Treatment of AISI 1045 Steel // *Proc. 9th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows*. – Tomsk. – 2008. – P.204–207.
15. *Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А., Иванов Ю.Ф.* Электронно-пучковая обработка поверхности электровзрывного легирования стали // *Физика и химия высокоэнергетических систем: Сб. материалов V Всероссийской конференции молодых ученых (22-25 апреля 2009г, г.Томск)*. – Томск: ТМЛ-Пресс, 2009. – С. 646–649.
16. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., Филимонов С.Ю., Будовских Е.А., Вострецова А.В., Громов В.Е.* Модификация низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком покрытий, формируемых на стали электровзрывным методом // *Перспективные материалы и технологии. Труды региональной научно-технической конференции, посвященной 15-летию общеобразовательного факультета ТГАСУ*. – Томск: Изд-во «Печатная мануфактура», 2009. – С. 94–103.
17. *Филимонов С.Ю., Колубаева Ю.А., Иванов Ю.Ф.* Структура и свойства углеродистой стали подвергнутой электровзрывному легированию алюминием и электронно-пучковой обработке // *Новые материалы. Создание, структура, свойства* – 2009. Труды Всероссийской конференции с

элементами научной школы для молодежи. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – С. 153–156.

18. **Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А., Иванов Ю.Ф.** Анализ механизмов повышения твердости сталей, подвергнутых электровзрывному алитированию и электронно-пучковой обработке // Сборник материалов II Международной школы–конференции молодых ученых «Физика и химия наноматериалов». 12–16 октября 2009 г. – С. 155–158.

19. **Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А.** Применение интенсивного электронного пучка для обработки модифицированных поверхностей // Перспективы развития фундаментальных наук: Труды VI Международной конференции студентов и молодых учёных. Россия, Томск 26–29 мая 2009 г. Т. 1 / под ред. Г.А. Вороновой. Томский политехнический университет. – Томск изд-во Томского политехнического университета, 2009. – С. 248–251.

20. *Ivanov Yu.F., **Filimonov S.Yu.**, Kolubaeva Yu.A., Teresov A.D., Budovskih E.A., Vostrecova A.V., Koval N.N., Gromov V.E.* Structure, phase composition and strengthening mechanism of carbon steel surface layer, exposed to electroexplosion aluminizing and following electron-beam treatment // Fundamental Aspects of External Fields Action on Materials (Book of the International conference articles, 26–28 May, 2010. Advanced materials Institute Graduate School at Shenzhen Tsinghua University). Ed. By V.Gromov, Novokuznetsk: Novokuznetsk Polygraphic Center, 2010. – P. 33–45.

21. *Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Тересов А.Д., **Филимонов С.Ю.**, Вострецова А.В., Будовских Е.А., Коваль Н.Н., Громов В.Е.* Физическая природа повышения прочностных свойств углеродистой стали, подвергнутой электровзрывному алитированию и последующей электронно-пучковой обработке // Сборник трудов международной школы-семинара «Новые технологии, материалы и инновации в производстве». – Усть-Каменогорск, 2009 г. – С. 40–46.

22. *Ivanov Yu.F., **Filimonov S.Yu.**, Kolubaeva Yu.A., Teresov A.D., Koval N.N.* Comparative analysis of structure and properties of steel subjected to electroexplosive aluminizing and electroexplosive copper plating with subsequent electron beam treatment // Sixth China-Russia Workshop on Plasma Technologies, June 25–28, 2010, Dalian China, Book of abstracts. – P. 15.

23. *Ivanov Yu.F., **Filimonov S.Yu.**, Kolubaeva Yu.A., Teresov A.D., Vostretsova A.V., Budovskih E.A., Gromov V.E.* Comparative Analysis of Structure and Properties of Steel Subjected to Electroexplosive Aluminizing and Electroexplosive Copper Plating with Subsequent Electron-Beam Treatment // Proc. 10th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk. – 2010. – P. 190–193.

24. **Filimonov S.Yu.,** *Ivanov Yu.F., Teresov A.D., Kolubaeva Yu.A., Gromov V.E., Budovskih E.A., Vostretsova A.V.* Electroexplosive Copper Coating and Electron Beam Treatment of Steel // Proc. 10th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk. – 2010. – P. 250–253.

25. **Филимонов С.Ю., Тересов А.Д., Колубаева Ю.А.** Сопоставление поверхностного слоя стали, подвергнутой электровзрывному алитированию и электровзрывному меднению с последующей электронно-пучковой обработкой // Физика и химия высокоэнергетических систем: сборник материалов VI Всероссийской конференции молодых учёных. – Томск. – 2010. – С. 407–410.