

В.В. Квасницкий\*, В.Д. Кузнецов\*, Н.Н. Коваль\*\*, Ю.Ф. Иванов\*\*, А.Д. Тересов\*\*,  
Л.И. Маркашова\*\*\*, В.Ф. Квасницкий\*\*\*\*

### ПРИМЕНЕНИЕ СИЛЬНОТОЧНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ ЖЕЛЕЗА, НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ И ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА\*

\**Национальный технический университет Украины „Киевский политехнический институт”, пр. Победы, 37, г. Киев, 03056, Украина, [kafedra.svarki@gmail.com](mailto:kafedra.svarki@gmail.com)*

\*\**Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, пр. Академический, 2/3, г. Томск, 634055, Россия,*

\*\*\**Институт электросварки им. Е.О. Патона Национальной академии наук Украины, ул. Боженко, 11, Киев, 03680, Украина,*

\*\*\*\**Национальный университет кораблестроения имени адмирала Макарова, пр. Героев Сталинграда, 9, г. Николаев, 54025, Украина*

#### **Введение**

В современных технологиях высококонцентрированные источники энергии находят широкое применение [1–3]. Сверхвысокие скорости нагрева и охлаждения позволяют получать уникальные структуры и свойства материалов, резко отличающиеся от их строения и свойств в исходном равновесном состоянии, модифицировать поверхность, формировать особые защитные и упрочняющие поверхностные слои. К высококонцентрированным источникам энергии относятся плазменные потоки, лазерные, ионные и электронные пучки. Наиболее распространены лазерная, плазменная и электронно-лучевая технологии. Перспективными являются низкоэнергетические сильноточные импульсные электронные пучки, позволяющие регулировать в широком интервале энергию электронов, глубину их проникновения в металл, характеристики и динамику полей температур и напряжений. Объемный характер выделения энергии и возможность изменения длительности импульса делают импульсный электронный пучок универсальным источником [4]. Различают высокоэнергетические и низкоэнергетические сильноточные электронные пучки (ВСЭП и НСЭП соответственно). НСЭП имеют существенные преимущества перед ВСЭП, так как позволяют обеспечить высокую плотность энергии пучка электронов (до 35 Дж/см<sup>2</sup>) при низком ускоряющем напряжении и энергии электронов, не превышающей 20–30 кэВ, что существенно упрощает радиационную защиту [5]. Поэтому исследования модификации и свойств материалов, обработанных НСЭП, являются **актуальными**.

#### **1. Методика эксперимента**

Эксперименты выполнялись на вакуумной импульсной электронно-пучковой установке СО-ЛО, предназначенной для сглаживания микрорельефа путем оплавления поверхностного слоя деталей и поверхностной модификации металлов путем импульсной закалки. Установка состоит из рабочей камеры с вакуумной системой, с форвакуумным и турбомолекулярным насосами, низкоэнергетического импульсного источника электронов, шкафа высоковольтного электропитания, стойки управления и контроля. Основным узлом установки является электронный источник с плазменным эмиттером на основе дугового или тлеющего разряда. В обоих случаях извлечение электронов из плазмы разряда и их ускорение осуществляются под действием напряжения, приложенного между эмиссионным сетчатым и цилиндрическим ускоряющим электродами. Генерация электронного пучка осуществляется с использованием плазменного катода [5]. Рабочее давление составляет 10<sup>-2</sup> Па, а плотность мощности – 10<sup>6</sup>-10<sup>9</sup> Вт/см<sup>2</sup>. Принципиальная схема импульсного электронного источника показана на рис. 1.

---

\*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Укр\_ф\_а 09-02-90456–Ф 28.7/050.

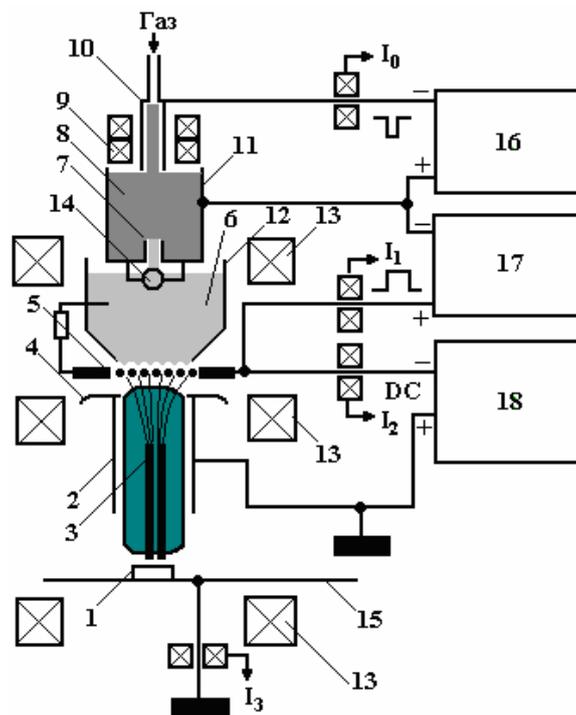


Рис. 1. Принципиальная схема импульсного электронного источника с плазменным катодом: 1 – изделие; 2 – труба дрейфа; 3 – пучковая плазма; 4 – ускоряющий электрод; 5 – эмиссионный электрод с сеткой; 6 – анодная плазма; 7 – контрагирующее отверстие; 8 – катодная плазма; 9 – постоянный магнит; 10 – полый магниевый катод; 11 – корпус катодного узла; 12 – цилиндрический полый анод; 13 – соленоид; 14 – перераспределяющий сферический электрод; 15 – манипулятор; 16, 17 – источники питания, обеспечивающие соответственно поджиг и существование разряда; 18 – источник ускоряющего напряжения;  $I_0$ ,  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$  – силы токов соответственно поджига и разряда на ускоряющий электрод и изделие

Источник электронов имеет катодный узел с корпусом 11, полый анод 12 с металлической сеткой 5, ускоряющий электрод 4 и манипулятор 15. В корпусе катодного узла 11, который является одновременно поджигающим электродом, установлены на фторопластовом изоляторе цилиндрический магниевый катод 10 длиной 15 мм и диаметром 4 мм и постоянный кольцевой магнит 9, создающий магнитное поле с индукцией 0,02 Тл. Цилиндрический анод 12 длиной 160 мм и диаметром 150 мм имеет на торце эмиссионное окно 5 диаметром 80 мм, закрытое мелкоструктурной металлической сеткой с размером ячейки 0,1 x 0,1 мм и геометрической прозрачностью 40 %. Полый анод 12 соединен с электродом 5 через сопротивление 75 Ом. Внутри полого анода на расстоянии 20 мм от катодного узла расположен перераспределяющий сферический электрод 14 диаметром 10 мм, находящийся под потенциалом поджигающего электрода. Электрод 14 обеспечивает равномерность распределения плотности плазмы вблизи сеточного электрода и равномерность распределения эмиссионного тока, снижение или исключение проникновения материала катода в область формирования пучка и на обрабатываемую поверхность детали. Ускоряющий электрод 4 расположен на расстоянии 5 мм от эмиссионного электрода 5, выполнен в виде диафрагмы с отверстием диаметром 85 мм и соединяется с трубой дрейфа 2 длиной 90 мм и диаметром 100 мм. Коллектор (манипулятор) 15 установлен на расстоянии 100–600 мм от эмиссионного электрода 5. Напуск рабочего газа (гелий, аргон) с натеканием 30 МПа·м<sup>3</sup>/с производится через канал полого магниевого катода 10. Давление в системе регулируется от  $5 \cdot 10^{-3}$  до 1 Па за счет изменения натекания инертного газа.

Для измерения тока поджига разряда  $I_0$ , тока эмиссии  $I_1$ , тока на ускоряющий электрод  $I_2$  и тока пучка на изделие  $I_3$  используются пояса Роговского. Для предотвращения замыкания межэлектродных промежутков плазмой, образуемой электронным пучком на коллекторе, последний снабжается специальным охранным кольцом.

Принцип работы электронного источника с дуговым разрядом описан в работе [5].

Питание электронного источника происходит при подаче на катод регулируемого от 100 до 1600 А импульса тока длительностью 45 мкс, формирующегося при разряде конденсатора на первичную обмотку импульсного трансформатора. Вначале разряд возникает между катодом 1 и поджигающим электродом (корпусом) 11. После возникновения катодного пятна возбуждается разряд меж-

ду катодом 10 и полым анодом 12. Наличие кольцевого магнита 9 и контрагирующего отверстия в корпусе катодного узла позволяет значительно понизить напряжение зажигания дугового разряда между катодом и полым анодом за счет повышения давления в катодной области и удлинения траектории электронов в магнитном поле. Плазма заполняет полый анод, и через ячейки сетки 5 электроны поступают в ускоряющий промежуток. Они эффективно ионизируют газ, создавая в области ускоряющего электрода и коллектора анодную плазму, которая приобретает потенциал, близкий к потенциалу анода. Между эмиссионным сеточным электродом и анодной плазмой образуется слой пространственного заряда, в котором ускоряются электроны. Анодная плазма, ответственная за компенсацию пространственного заряда пучка и его формирование, создается в условиях отсутствия внешнего магнитного поля в результате ионизации напускаемого рабочего газа электронами, извлеченными из плазменного катода на основе квазистационарного дугового разряда низкого давления, и сжатия пучка собственным магнитным полем [5].

Плазменные эмиттеры с сеточной стабилизацией на основе дугового разряда, обеспечивающие плотности тока до нескольких ампер на  $\text{см}^2$ , в микросекундном диапазоне длительностей импульса обладают высокой эмиссионной способностью, но имеют ограниченный срок службы вследствие эрозии холодного катода. Значительно увеличивает ресурс работы эмиттера и плотность тока до  $60 \text{ A}/\text{см}^2$  при использовании тлеющего разряда.

При выполнении исследований использовался электронный источник с плазменным катодом. Для контроля процесса токи  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$  и  $I_0$  записываются осциллографом. Например, осциллограмма токов для одного из режимов показана на рис. 2.

Исследования проводили при энергии электронов 15-20 кэВ и изменении длительности импульса воздействия от 50 до 150 мкс и плотности энергии пучка электронов от 10 до  $35 \text{ Дж}/\text{см}^2$ . Частота следования импульсов во всех случаях равнялась 0,3 Гц. Для исследований использовали армко-железо, нержавеющую сталь 12X18H9T и никелевый жаропрочный дисперсионно-упрочняемый сплав. Торцевую поверхность обрабатывали электронным пучком после точения и полирования с очисткой в ультразвуковой ванне. Режимы обработки поверхности выбирали таким образом, чтобы получить оплавленный поверхностный слой различной толщины.

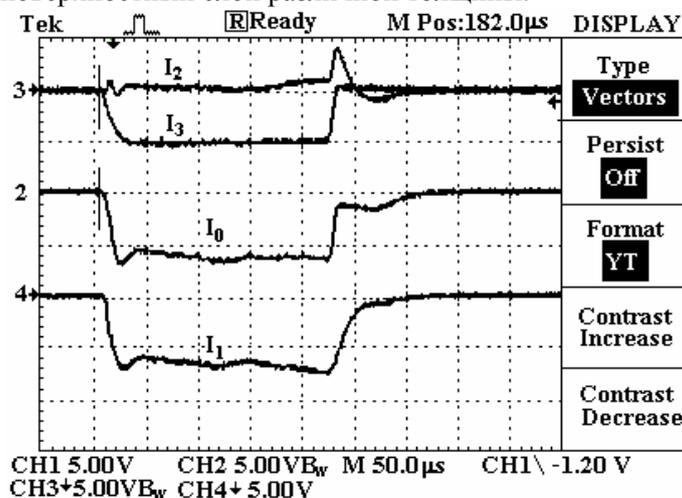


Рис. 2. Осциллограмма токов в электронном источнике с дуговым разрядом при параметрах обработки жаропрочного сплава:  $U = 18 \text{ кВ}$ ;  $I_3 = 100 \text{ А}$ ;  $t = 200 \text{ мкс}$ ;  $I_0$  – ток отжига разряда;  $I_1$  – ток эмиссии;  $I_2$  – ток, ускоряющий электрод;  $I_3$  – ток пучка на образце. Масштаб:  $100 \text{ А}/\text{дел}$  и  $50 \text{ мкс}/\text{дел}$

Исследования проводили методами рентгеноструктурного анализа, оптической и просвечивающей электронной микроскопии. Рентгеноструктурный анализ осуществляли на установке ДРОН-УМ1 при монохроматическом  $\text{CuK}_\alpha$  –излучении. Дифрактограммы обрабатывали с помощью программы полипрофильного анализа рентгеновских спектров от смеси поликристаллических фаз. Микротвердость металла измеряли на микротвердомере фирмы «Леко». Электронно-микроскопические микродифракционные исследования осуществляли на приборе JEM-200 CX (фирма JEOL, Япония) при ускоряющих напряжениях 160 и 200 кВ.

Для сохранения структуры поверхность образцов перед препаративными операциями (резкой, шлифовкой, электролитическим предварительным и окончательным ионным утонением) покрывали защитным лаком (раствором полистирола в толуоле).

## 2. Результаты и обсуждение

На первом этапе определяли параметры обработки, обеспечивающие формирование равномерного слоя оплавленного металла на торцевой поверхности цилиндрического образца диаметром 12 мм. Влияние предварительной подготовки поверхностей и параметров электронного пучка на состояние обработанной поверхности подробно описано в работе [6]. Установлено, что формирование оплавленного слоя на поверхности железа зависит в первую очередь от плотности энергии. При значениях  $E_s=20-25$  Дж/см<sup>2</sup> и длительности импульса 50 мкс образуется равномерный по толщине слой с гладкой поверхностью даже после точения. Полированная поверхность оплавляется равномерно, поскольку глубина оплавления больше высоты микронеровностей. При плотностях энергии  $E_s = 10 - 15$  Дж/см<sup>2</sup> глубина оплавленного металла недостаточна для плавления микровыступов после точения (до 6 мкм), и на поверхности видны следы механической обработки.

Аналогичная картина наблюдается и при обработке поверхности нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Увеличение плотности энергии пучка электронов до 35 Дж/см<sup>2</sup> при длительности импульса 50 мкс приводит к образованию поверхности с мелкими волнами, что, вероятно, связано с увеличением объема расплава и проходящими в нем процессами.

При обработке электронным пучком дисперсионно-твердеющего жаропрочного никелевого сплава в поверхностном слое обнаружены микротрещины, которые не наблюдаются при уменьшении энергии пучка до 15 Дж/см<sup>2</sup>.

Исследования показали, что выбранные режимы электронно-пучковой обработки обеспечивают получение гладкой поверхности со значением  $R_a$  менее 0,3 мкм.

Рентгеноструктурным фазовым анализом армко-железа установлено, что параметр решетки  $\alpha$ -Fe для необработанного металла равняется 2,8708 Å. После электронно-пучковой обработки параметр решетки  $\alpha$ -Fe составляет 2,8669 Å, то есть в обработанном поверхностном слое параметр кристаллической решетки незначительно уменьшается.

Результаты измерения микротвердости армко-железа, обработанного при указанном выше режиме, для двух исследованных состояний показали, что её среднее значение при нагрузке на индентор 100 Н равняется 1210 МПа для основного металла и 2105 МПа в модифицированном слое, т.е. в последнем случае микротвердость повышается в среднем в 1,7 раза.

Микроструктура основного металла  $\alpha$ -Fe представлена ферритом: средняя величина зерна равняется 40–50 мкм. Для модифицированной поверхности характерно значительное измельчение зерна. Микроструктура железа на косом шлифе (10° к поверхности) в зоне обработки электронным пучком показана на рис. 3.

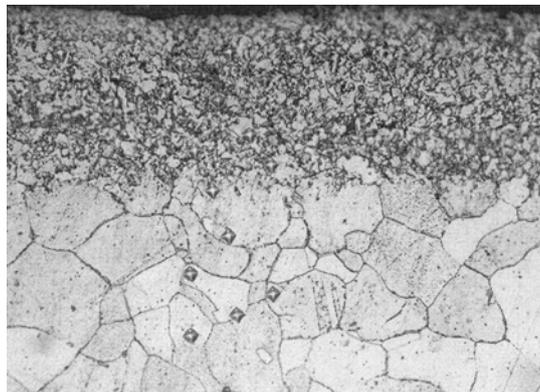


Рис. 3. Микроструктура армко-железа в зоне обработки электронным пучком (30 Дж/см<sup>2</sup>; 100 мкс);  $\times 320$

Установлено, что обработка поверхности электронным пучком приводит к измельчению зерна в среднем на один и более порядок. Структура модифицированного слоя, судя по размытому контрасту границ зерен, является неравновесной.

Электронно-микроскопические исследования тонкой структуры на просвет, проводившиеся в состояниях основного металла и после поверхностной обработки, показали что для основного металла характерна общая невысокая плотность дислокаций во внутренних объемах зерен (рис. 4,а), которая составляет  $8 \cdot 10^8 - 2 \cdot 10^9$  см<sup>-2</sup>. Распределение дислокаций хаотичное и сравнительно равномерное, а тип дислокационной структуры можно охарактеризовать как блочный при отсутствии каких-либо субструктурных границ. Межзеренные границы равномерные, стянутые и скомпенсированные. Равномерность структуры основного металла подтверждается характером микродифракционных от-

ражений – дифракционные рефлексы четкие, а сама микродифракционная картина состоит из геометрически равномерного и симметричного распределения в ней отдельных рефлексов.

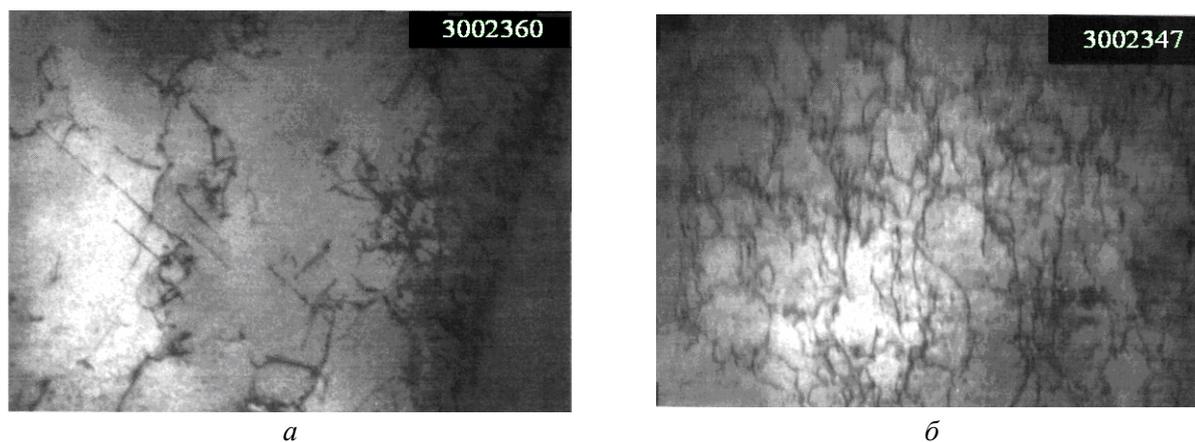


Рис. 4. Тонкая структура армко-железа без обработки электронным пучком (а) и модифицированного слоя (б);  $x$  30 000 (при печати уменьшено в 1,5 раза)

Тонкая структура поверхности после ее обработки представлена на рис. 4,б. Следует отметить значительное повышение объемной плотности дислокаций до величины  $\sim 10^{10} - 2 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Распределение дислокационной плотности неравномерно: наряду со сравнительно невысокой плотностью наблюдаются области со значительно более высоким по плотности распределением дефектов кристаллической решетки.

Особенностью тонкой структуры обработанного электронным пучком металла является формирование во внутренних объемах зерен четко выраженной субструктуры различных типов. Это и ячеистая субструктура с малоугловыми субграницами и со значительными углами разориентировки типа субзеренных (малоугловых) границ. Субструктурные микрообъемы идентифицируются как фрагменты. Таким образом, можно считать, что непосредственно в поверхностных слоях металла обработка способствует фрагментации, то есть диспергированию структуры до размеров порядка 0,3–0,5 мкм и меньше. Последнее подтверждается и характером микродифракционных отражений: на микродифракционных картинах наблюдается размытие рефлексов в азимутальном направлении, что обусловлено дроблением и измельчением структуры.

Рентгеноструктурными исследованиями нержавеющей стали установлено, что основным металлом и оплавленный слой являются  $\gamma$ -Fe. Параметр решетки основного металла равняется 3,5851 Å, а модифицированного слоя – 3,5775 Å, то есть в обработанном поверхностном слое наблюдается уменьшение параметра кристаллической решетки.

Средний размер зерен основного металла равняется 25 мкм. При исследовании тонкой структуры на просвет четко просматриваются характер и структура субзерен. Субзеренная структура с размерами зерен 2,0–7,0 мкм имеет равноосное строение и четкие скомпенсированные субграницы. Для внутренних объемов зерен и субзерен характерна низкая плотность дислокаций, составляющая  $10^8 - 10^9 \text{ см}^{-2}$ . В отдельных зернах дислокации не наблюдаются, в других участках зерен проявляются дислокационные скопления. Наблюдаются отдельные системы скольжения, связанные, по-видимому, с процессами релаксации локальных внутренних напряжений. Проявляются также процессы двойникования. Наличие растянутых дислокаций в отдельных системах скольжения является характерным для металлов, отличающихся низкими значениями энергии дефектов упаковки, например для нержавеющей стали. Все наблюдаемые признаки тонкой структуры основного металла свидетельствуют о сравнительно равновесном состоянии. Тонкая структура нержавеющей стали без обработки электронным пучком показана на рис. 5,а, а модифицированного слоя – на рис. 5,б.

Структура в поверхностном слое стали, подвергнутой обработке электронным пучком, кардинально изменяется. Резко увеличивается плотность дислокаций, достигая величины  $\approx 5 \cdot 10^{10} - 2 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Во внутренних объемах зерен формируется субструктура различного типа (ячейки, фрагменты, клубковая). Размеры структурных элементов (ячеек и фрагментов) изменяются от 0,15 до 2,0 мкм. Субграницы «рыхлые», нескомпенсированные, что свидетельствует о неравновесном состоянии модифицированного слоя. Последнее подтверждается и сложным видом микродифракционных отражений от исследуемых структур, на которых проявляются радиальные и азимутальные размытия основных рефлексов.

Наряду с повышением плотности объемно распределенных дислокаций и измельчения субструктуры в поверхностном слое наблюдаются активное множественное скопление дислокаций, а также интенсивное двойникование.

Микротвердость модифицированного слоя стали 12Х18Н9Т несколько повышается (1980 МПа) по сравнению с основным металлом (1810 МПа).

Аналогичные исследования проведены на жаропрочном никелевом сплаве, структура которого показана на рис. 6,а и 6,б, а модифицированного слоя – на рис. 6,в.

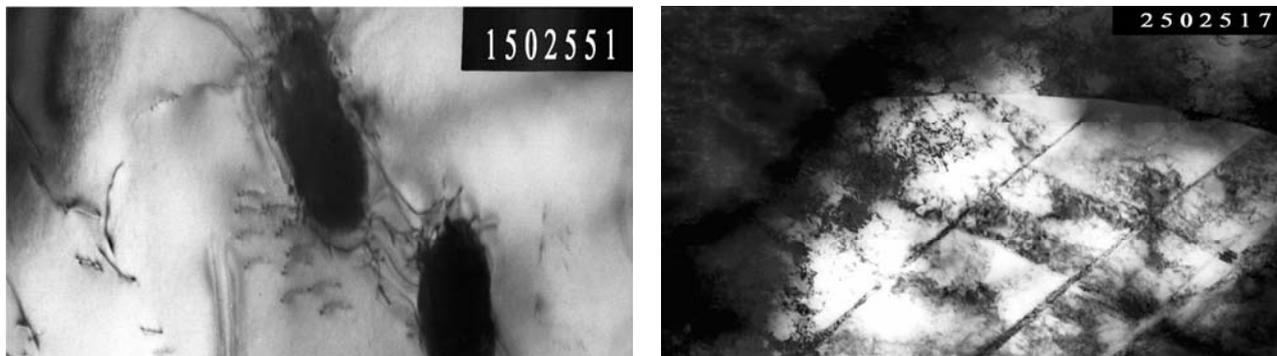
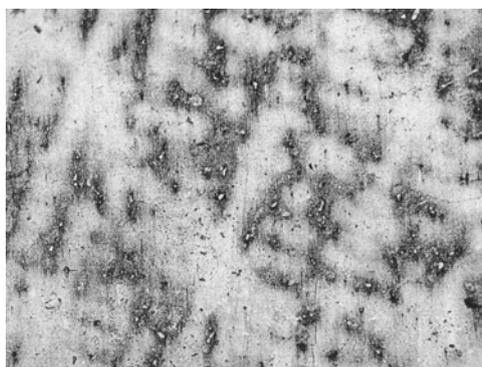
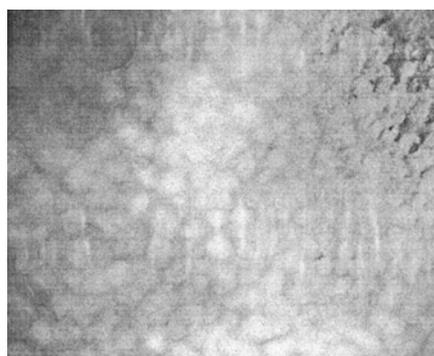


Рис. 5. Тонкая структура нержавеющей стали 12Х18Н9Т без обработки электронным пучком (а;  $\times 15\,000$ ) и модифицированного слоя (б;  $\times 20\,000$ )



а



б



в

Рис. 6. Микроструктура (а;  $\times 250$ ), тонкая структура (б;  $\times 20\,000$ ) жаропрочного никелевого сплава и модифицированного слоя (в;  $\times 20\,000$ )

Исследование методом просвечивающей микродифракционной электронной микроскопии показало, что для основного металла характерна невысокая плотность дислокаций (порядка  $10^9\text{ см}^{-2}$ ), а крупные субструктурные фрагменты по размерам достигают 3 мкм. Это свидетельствует о равновесности исходного структурного состояния металла, обусловленного предшествующей высокотемпературной обработкой. Во внутренних объемах зерен наблюдаются дисперсные фазовые выделения частиц упрочняющих фаз диаметром 0,15–0,25 мкм (рис. 6,б), распределение и морфология которых аналогичны  $\gamma'$ -фазе, когерентной с матрицей. Микротвёрдость основного металла в среднем равна 3320 МПа.

В модифицированном слое (рис. 6,в) в объеме матричных зерен с выделениями  $\gamma'$ -фазы наблюдается рост количества дислокаций, плотность которых достигает  $2 \cdot 10^{10}$ – $2 \cdot 10^{11}\text{ см}^{-2}$ . Наиболее

высокие плотности дислокаций формируются по границам  $\gamma'$ -фазы, находящейся внутри зёрен. Микротвердость слоя составляет в среднем 2670 МПа.

На микродифракционной картине чётко просматривается азимутальное размытие рефлексов, что свидетельствует о формировании в модифицированном слое внутреннего напряженного состояния.

Выявленные особенности тонкой структуры в модифицированных поверхностных слоях жаропрочного никелевого сплава свидетельствуют не только о накоплении в них внутренних напряжений, но и о протекании активных процессов сброса этих напряжений путём зарождения и движения дислокаций и двойникования.

Глубина оплавленного поверхностного слоя жаропрочного никелевого сплава зависит главным образом от плотности энергии пучка электронов и длительности импульсов воздействия. При плотности энергии пучка 30 Дж/см<sup>2</sup>, длительности импульса 100 мкм и пяти импульсах воздействия глубина оплавления металла составляет 17–20 мкм. При плотности энергии 10–15 Дж/см<sup>2</sup> глубина оплавления уменьшается до нескольких микрометров.

#### **Заключение**

1. Обработка поверхности металлов сильноточным низкоэнергетическим электронным пучком позволяет получать тонкие оплавленные гладкие слои после предварительной обработки как полированием, так и точением. Толщина оплавленного слоя зависит от плотности энергии и длительности импульса воздействия.

2. Структура модифицированного поверхностного слоя резко отличается от основного металла и характеризуется малым размером зерна (десятые доли и единицы микрометра), неравновесностью состояния, формированием субструктуры различного типа (клубки, ячейки, фрагменты), высокой плотностью дислокаций и следами активного протекания процессов релаксации напряжений. Сброс напряжений проявляется в виде зарождения и движения дислокаций и двойникования.

3. Высокая плотность дислокаций до  $2 \cdot 10^{11}$  см<sup>-2</sup> и дисперсность структурных (зерен и элементов субзеренной структуры) элементов порядка 0,15–0,30 мкм свидетельствуют о высоком уровне энергии, запасенной поверхностным слоем металла.

#### **ЛИТЕРАТУРА**

1. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками / Под ред. Д.М. Поута, Г. Фоти, Д.К. Джекобсона: Пер. с англ. Н.К. Мышкина и др.; Под ред. А.А. Углова. М.: Машиностроение, 1987. 424 с.
2. Грибков В.Г., Григорьев Ф.И., Калинин Б.А., Якушин В.Л. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов / Под ред. Б.А. Калина. М.: Круглый год, 2001. 528 с.
3. Валяев А.Н., Погребняк А.Д., Кишимото Н., Ладосеев В.С. Модификация свойств материалов и синтез тонких плёнок при облучении интенсивными электронными и ионными пучками. Усть-Каменогорск: ВКТУ, 2000. 345 с.
4. Итин В.И., Коваль В.А., Коваль Н.Н., Лыков С.В., Месяц Г.А., Проскуровский Д.И., Ротштейн В.П., Чухланцева И.С. Поверхностное упрочнение сплавов на основе железа при воздействии интенсивного импульсного электронного пучка // Известия вузов. Физика. Томск: ТГУ, 1985. № 6. С. 38–43.
5. Девятков В.Н., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Получение сильноточных низкоэнергетических электронных пучков в системах с плазменным эмиттером // Известия вузов. Физика. Томск: ТГУ, 2004. № 9. С. 36–43.
6. Koval N.N., Ivanov Yu.F., Kvasnytsky V.V., Kvasnytsky V.F., Markashova L.I. Structure and Properties of Armko Iron and Stainless Steel, Manufactured by High-Current Low-Energy Electronic Beam // 9<sup>th</sup> International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceeding. Tomsk: Publishing house of the IAO SB RAS, 2008. P. 274–277.

*Поступила 12.12.08*

#### **Summary**

The structure and hardness of surface coating of iron, stainless steel and high-temperature alloy after processing by high-current low-energy electron beam is considered. The methods of optical metallography - ray structure analysis, transmission electronic microscopy are used. The formation of submicrocrystal structure of fritted coating with high density of dislocation is established.