

COMPLEX ELECTRON-ION-PLASMA TREATMENT OF SILUMIN

*Olga Vasilievna Krygina^a, Yury Fedorovich Ivanov,
Nikita Andreevich Prokopenko, Anton Dmitrievich Teresov,
Elizaveta Alekseevna Petrikova, Oleg Sergeevich Tolkachev*

Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Akademicheskyy ave., 2/3, 634055, Tomsk, Russia

^a krysina@opee.hcei.tsc.ru

ABSTRACT

The paper presents the studies aimed at detecting the effect of the complex electron-ion-plasma modification on the properties, composition and structure-phase state of eutectic composition silumin. The complex treatment included preliminary pulsed electron beam action on silumin to smooth its surface, remove the pores, and increase the adhesion of the nitride coating to the silumin substrate, vacuum arc deposition of the hard titanium nitride coating, and re-irradiation with an electron beam of submillisecond duration without significant destruction of the nitride coating. Regularities of surface layer modification under electron beam effect in different irradiation modes on the system “nitride coating (0.25–2.0 μm) / silumin substrate” are obtained. The investigations of structural and phase state, microhardness, roughness, friction coefficient and wear parameter of the modified layer were carried out. The dependencies of the properties of the modified layer on the main parameters of the electron beam treatment (energy density, pulse duration, pulse number) were determined. Optimal modes of electron beam treatment of silumin with titanium nitride coating without or with its insignificant destruction have been revealed, in which the modified layer has high hardness, wear resistance, adhesion strength, as well as low roughness and friction coefficient.

KEYWORDS

Complex treatment; electron beam; vacuum-arc deposition; silumin; surface layer modification; wear resistance.

**КОМПЛЕКСНАЯ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННАЯ
ОБРАБОТКА СИЛУМИНА**

*Ольга Васильевна Крыгина^a, Юрий Федорович Иванов,
Никита Андреевич Прокопенко, Антон Дмитриевич Тересов,
Елизавета Алексеевна Петрикова, Олег Сергеевич Толкачев*

Институт сильноточной электроники СО РАН, Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/3

^a krysina@opee.hcei.tsc.ru

АННОТАЦИЯ

В работе представлены исследования, направленные на выявление влияния комплексной электронно-ионно-плазменной модификации поверхностного слоя силумина эвтектического состава на его свойства, элементный и структурно-фазовый состав. Комплексная обработка включала предварительное импульсное электронно-пучковое облучение силумина с целью выглаживания его поверхности, залечивания пор и увеличения адгезии нитридного покрытия к силуминовой подложке, осаждения твердого покрытия нитрида титана вакуумно-дуговым методом и повторное облучение электронным пучком субмиллисекундной длительности без значительного разрушения нитридного покрытия. Получены закономерности модификации поверхностного слоя при электронно-пучковом воздействии в разных режимах облучения на систему «нитридное покрытие (0,25–2,0 мкм) / подложка из силумина». Были проведены исследования структурно-фазового состояния, микротвердости, шероховатости, коэффициента трения и параметра износа модифицированного слоя. Установлены зависимости свойств модифицированного слоя от основных параметров облучения электронным пучком: плотности энергии, длительности импульса воздействия, количества импульсов. Выявлены оптимальные режимы электронно-пучковой обработки силумина с покрытием нитрида титана без или с незначительным его разрушением, при которой модифицированный слой обладает высокими твердостью, износостойкостью, адгезионной прочностью, низкими шероховатостью и коэффициентом трения.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Комплексная обработка; электронный пучок; вакуумно-дуговое осаждение; силумин; модификация поверхностного слоя; износостойкость.

Введение

Для формирования в поверхностных слоях материалов неравновесных многофазных состояний, которые обеспечивают существенное улучшение эксплуатационных характеристик изделий, а порой их уникальные свойства, применяется комбинированная электронно-ионно-плазменная обработка материалов [1–6]. Она может включать азотирование поверхностного слоя (толщиной от единиц до сотен микрометров), осаждение тонкого ($\sim 0,1$ – 1 мкм) твердого или сверхтвердого (≥ 40 ГПа) покрытия и воздействие на поверхность электронным пучком (выглаживание рельефа поверхности, миксинг системы покрытие/подложка, вплавление твердого покрытия в более легкоплавкую подложку) [7–13]. Причем все эти операции можно проводить в различной последовательности и в разном количестве, что может привести к новым, ранее неполученным со-

стояниям материала и сочетаниям свойств [13–17].

Целью данной работы было проведение комплексной обработки эвтектического силумина, включающей предварительную электронно-пучковую обработку силумина, нанесение твердого нитридного покрытия и финишное электронно-пучковое воздействие; исследование структурно-фазового состояния и свойств поверхностного слоя модифицированного силумина; выявление зависимостей свойств модифицированного слоя силумина от параметров финишной электронно-пучковой обработки.

1. Методики проведения эксперимента и исследований

На основе результатов исследований влияния предварительной электронно-пучковой обработки (ЭПО) силумина перед нанесением нитридного покрытия на твер-

дость, адгезионную прочность, износостойкость сформированной системы «покрытие/подложка» [18], был выбран оптимальный режим с двухциклового ЭПО со следующими параметрами. 1 этап: длительность импульса $\tau = 150$ мкс, плотность энергии $E_s = 20$ Дж/см², количество импульсов $N = 5$; 2 этап: $\tau = 150$ мкс, $E_s = 30$ Дж/см², $N = 5$. Все силуминовые образцы эвтектического состава на первом этапе подвергались ЭПО с данными параметрами.

Затем на подготовленные подложки наносилось бинарное нитридное покрытие TiN, которое показало высокие значения износостойкости, твердости и адгезионной прочности на силумине [18]. Осаждение велось из плазмы дуговых разрядов низкого давления вакуумно-дуговым плазменно-асистированным методом на вакуумной ионно-плазменной установке «КВИНТА» [19]. В качестве материала испаряемого катода использовался технический титан ВТ1-0. Основные параметры осаждения покрытия: ток разряда электродугового испарителя $I_d = 100$ А, напряжение смещения $U_b = -150$ В, давление газовой смеси аргона с азотом $p = 0,3$ Па, максимальная температура образца во время нанесения покрытия составила $T = 310$ °С. Скорость роста TiN-покрытия равна 10,8 мкм/ч. Было выбрано 4 толщины покрытий: 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мкм. Основные исследования системы «TiN-покрытия/силуминовая подложка» после ЭПО проводили методами современного материаловедения при толщине TiN-покрытия $1 \pm 0,1$ мкм. Дальнейшая ЭПО системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» проводилась при варьировании основными параметрами электронного пучка: длительностью импульса в диапазоне 50–200 мкс; плотностью энергии в диапазоне от 5 до 25 Дж/см² и количеством импульсов от 1 до 15. Все эксперименты по электронно-пучковой обработке проводились с помощью электронного пучка субмиллисекундной длительности на установке «СОЛО», созданной на основе источника электронов с плаз-

менным катодом и сеточной стабилизацией границы плазмы [20].

Для диагностики образцов после комплексной электронно-ионно-плазменной обработки применялось следующее диагностическое оборудование и методики. Толщина покрытий измерялась на приборе Calotest CAT-S-0000 (CSEM, Швейцария) методом Калотест по изображениям сферических шлифов. Поверхности покрытий были исследованы методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронном микроскопе Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV (Нидерланды). Твердость (HV) системы «покрытие/подложка» измерялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке $P_n = 200$ мН. Для каждого образца было сделано не менее 15 измерений для получения статистических результатов. Трибологические исследования были сделаны с помощью трибометра Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) в геометрии «шарик-диск», где в качестве контртела применялся шарик из твердого сплава ВК-8 диаметром 6 мм. Тест проводился в условиях сухого трения при следующих параметрах: нормальная нагрузка 3 Н, дистанция до 120 м, радиус трека износа 4 мм, скорость скольжения шарика 25 мм/с при комнатной температуре испытаний. Скорость износа (V) была рассчитана исходя из нагрузки (F), пройденной дистанции (L), площади поперечного сечения трека износа (A) и радиуса трека износа (R). Профили треков износа и шероховатость поверхности были изучены с помощью контактного профилометра (TRIBOtechnic, Франция). Для получения статистических данных тест на износ проводился на 3 аналогичных образцах, полученные результаты усреднялись.

Кристаллическая структура, фазовый состав, величина деформации кристаллической решетки покрытий были идентифицированы методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 (Япония) с $\text{CuK}\alpha$ излучением ($\lambda = 1,540598$ Å) в стандартном режиме Брэгга-Брентано.

Фазовый состав анализировался с помощью баз данных PDF 4+ и полнопрофильной программы анализа POWDER CELL 2.4.

2. Результаты и их обсуждение

По результатам измерения механических и триботехнических характеристик видно, что твердость поверхностного слоя системы «покрытие/подложка» растет с увеличением плотности энергии для длительности импульса 50–200 мкс (рис. 1, а, б; рис. 2). Максимальная твердость для каждой группы режимов соответствует плотности энергии 15–25 Дж/см². Наибольшая твердость равна 2,3 ГПа и относится к режиму со следующими параметрами: $\tau = 200$ мкс, $N = 5$, $E_s = 20$ Дж/см² (рис. 2). Динамика изменения коэффициента трения не прослеживается (рис. 1, а, б; рис. 2). Параметр износа для всех выбранных длительностей импульса

находится в пределах одного порядка и изменяется от $1,1 \cdot 10^{-4}$ до $9,4 \cdot 10^{-4}$ мм³Н⁻¹м⁻¹. При относительно быстром вводе энергии ($\tau = 50$ мкс, рис. 1, а) параметр износа увеличивается с увеличением плотности энергии, что может говорить о частичном или полном разрушении покрытия. При более длительном вводе энергии (~ 100 мкс, рис. 1, б, рис. 2) наблюдается несколько оптимальных режимов, когда износостойкость максимальна, а параметр износа минимален и равен $(1-2) \cdot 10^{-4}$ мм³·Н⁻¹·м⁻¹; $\tau = 50$ мкс, $N = 5$, $E_s = 5$ Дж/см²; $\tau = 100$ мкс, $N = 5$, $E_s = 15$ Дж/см²; $\tau = 200$ мкс, $N = 5$, $E_s = 10, 20$ Дж/см². Стоит отметить, что увеличение твердости приводит к снижению износостойкости, причиной чего могут служить твердые фазы, образованные в ходе комплексной электронно-ионно-плазменной обработки и усиливающие абразивный износ системы во время теста.

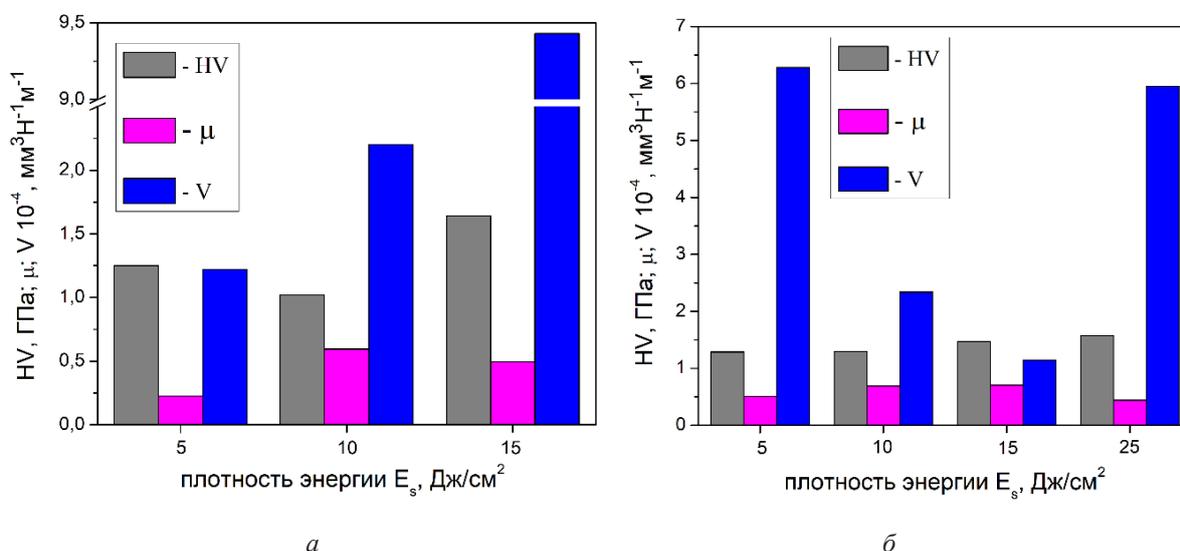


Рис. 1. Гистограмма значений микротвердости, коэффициента трения и параметра износа для системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО в зависимости от плотности энергии электронного пучка:
а – $\tau = 50$ мкс; $N = 5$; б – $\tau = 100$ мкс; $N = 5$

Fig. 1. Histogram of microhardness, friction coefficient and wear parameter for the TiN coating/silumin substrate system after EBT depending on electron beam energy density:
а – $\tau = 50$ μs; $N = 5$; б – $\tau = 100$ μs; $N = 5$

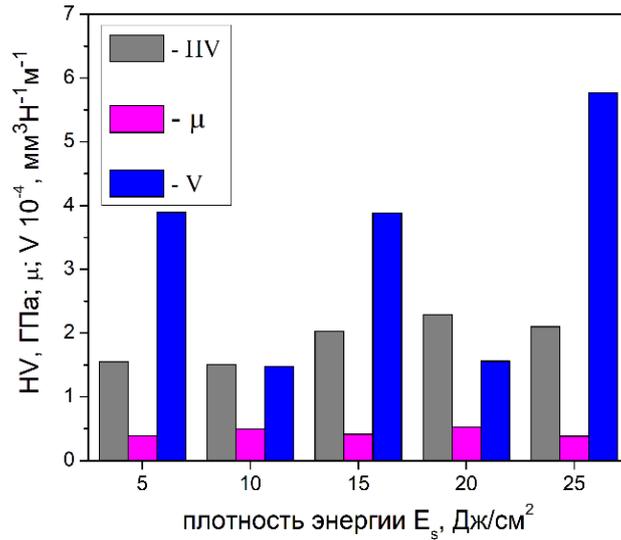


Рис. 2. Гистограмма значений микротвердости, коэффициента трения и параметра износа для системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО в зависимости от плотности энергии электронного пучка ($\tau = 200$ мкс; $N = 5$)

Fig. 2. Histogram of microhardness, friction coefficient and wear parameter for the TiN coating/silumin substrate system after EBT depending on electron beam energy density ($\tau = 200$ μ s; $N = 5$)

Из рис. 3 видно, что в диапазоне плотностей энергии 5–15 Дж/см² среднеарифметическое отклонение профиля (R_a) и высота неровностей профиля по десяти точкам (R_z) практически не меняются. При даль-

нейшем увеличении до 25 Дж/см² наблюдается линейное увеличение параметров в 2 и 1,6 раз соответственно, что связано с разрушением покрытия и плавлением материала подложки.

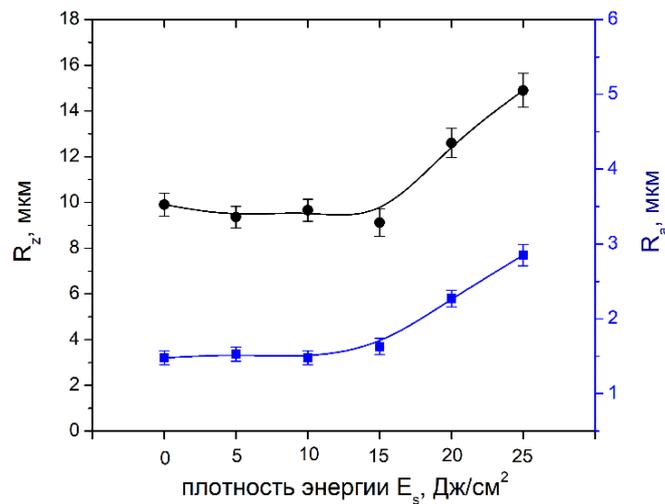


Рис. 3. Зависимости шероховатости (R_a , R_z) от плотности энергии электронного пучка ($\tau = 200$ мкс; $N = 5$)

Fig. 3. Roughness (R_a , R_z) vs. electron beam energy density ($\tau = 200$ μ s; $N = 5$)

Из рис. 4 и табл. 1 можно наблюдать, как изменяется фазовый состав поверхностного слоя системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО при увеличении плотности энергии пучка. Видно, что доля фаз покрытия (TiN, Ti₂N) уменьшается, что объясняется разрушением нитридных соединений покрытия и плавлением поверхностного слоя системы.

Заметно уменьшается и количество кремния, что вызвано изменением структуры кремния и его измельчением, он становится частично рентгеноаморфным. Стоит отметить, что увеличение износостойкости системы может быть связано с образованием нитридных фаз, таких как AlN, при диффузии азота вглубь подложки при разрушении фаз нитрида титана.

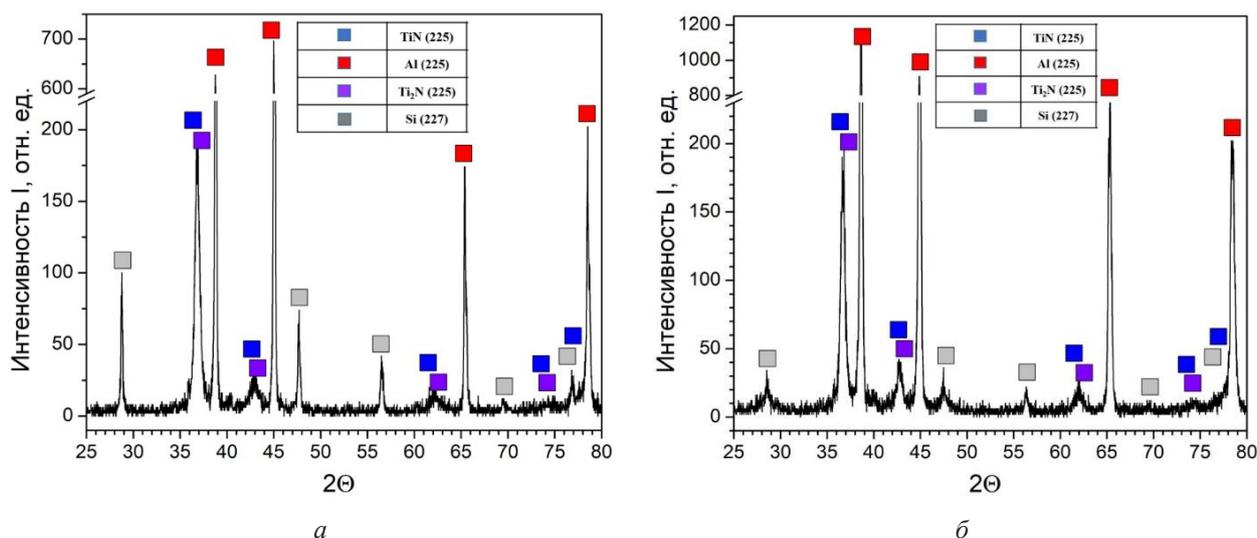


Рис. 4. Участки рентгенограмм системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО: *а* – $E_s = 10 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$; *б* – $E_s = 20 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$

Fig. 4. Fragments of x-ray patterns of the TiN coating/silumin substrate system after EBT: *a* – $E_s = 10 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$; *b* – $E_s = 20 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$

Таблица 1. Результаты рентгеноструктурного анализа образцов после ЭПО

Table 1. The results of the XRD analysis of the samples after EBT

Режим ЭПО / Mode of EBT	Обнаруженные фазы / Observed phases	Содержание фаз, вес. % / Phase content, wt. %	Параметры решетки, Å / Lattice parameter, Å	Размер ОКР, нм / Size of CSR, nm	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$
$E_s = 10 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$ / $E_s = 10 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$	TiN (225)	13	$a = 4,2350$	25	1,5
	Ti ₂ N (225)	13	$a = 4,2110$	24	1,7
	Al (225)	65	$a = 4,0197$	35	1,0
	Si (227)	9	$a = 5,3802$	25	1,9
$E_s = 20 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$ / $E_s = 20 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$	TiN (225)	11	$a = 4,2310$	21	4,5
	Ti ₂ N (225)	12	$a = 4,2112$	25	1,8
	Al (225)	73	$a = 4,0147$	37	1,6
	Si (227)	4	$a = 5,3827$	24	1,5

Увеличение толщины покрытия приводит к увеличению твердости системы, что объясняется уменьшением влияния на значения более низкой твердости подложки (рис. 5). При увеличении плотности энергии до 15 Дж/см² в зависимости наблюдается максимум на толщине покрытия 1 мкм.

При увеличении длительности импульса наблюдается увеличение твердости поверхностного слоя системы, что связано с умеренным влиянием электронно-пучковой обработки при длительности импульса ~100 мкс, которая не приводит к разрушению TiN-покрытия (рис. 6, а, б; рис. 7). Максимальная твердость соответствует режиму $\tau = 200$ мкс, $E_s = 15$ Дж/см², $N = 5$. При $E_s = 5$ Дж/см² максимальная износостойкость соответствует длительности 50 мкс (рис. 6, а), дальнейшее увеличение длительности импульса приводит к уменьшению износостойкости, однако в пределах одного порядка. При $E_s = 10$ Дж/см² увеличение длительности импульса приводит к незначительному увеличению износостойкости, в 1,3 раза (рис. 6, б). При $E_s = 15$ Дж/см² максимальная износостойкость

соответствует длительности импульса 100 мкс (рис. 7), уменьшение приводит к ухудшению износостойкости в ≈ 8 раз из-за краткосрочного ввода энергии; увеличение импульса приводит также к уменьшению износостойкости, но в пределах 3 раз.

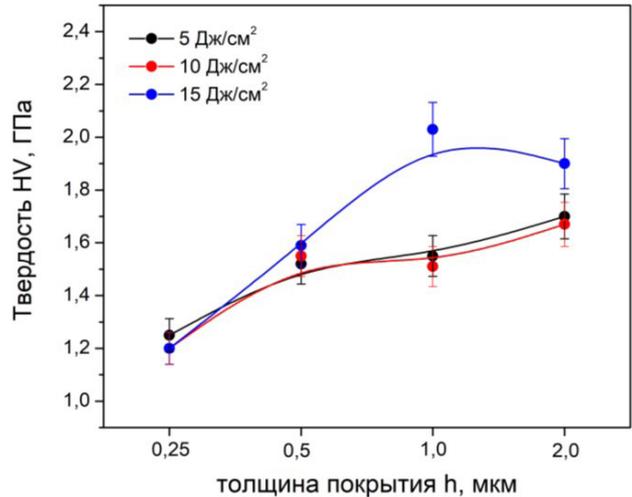


Рис. 5. Зависимости твердости при разной плотности энергии электронного пучка ($\tau = 200$ мкс; $N = 5$) от толщины TiN-покрытия (0,25–2,0 мкм)

Fig. 5. Dependencies of hardness on the thickness of the TiN coating (0.25–2.0 μm) at different electron beam energy densities ($\tau = 200 \mu\text{s}$; $N = 5$)

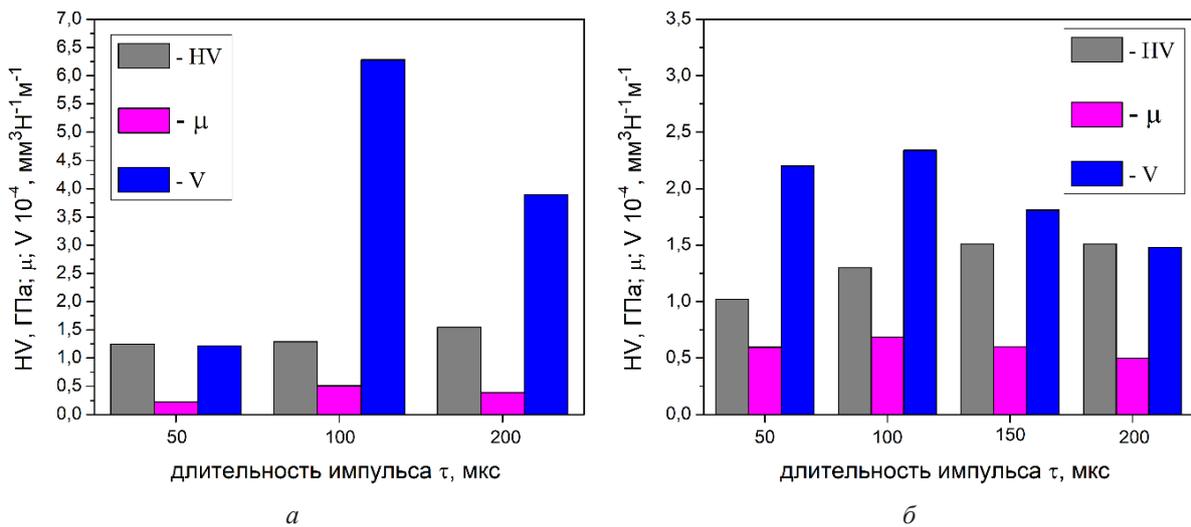


Рис. 6. Гистограмма значений микротвердости, коэффициента трения и параметра износа для системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО в зависимости от длительности импульса: а – $E_s = 5$ Дж/см²; $N = 5$; б – $E_s = 10$ Дж/см²; $N = 5$

Fig. 6. Histogram of microhardness, friction coefficient and wear parameter for the TiN coating/silumin substrate system after EBT depending on pulse duration: а – $E_s = 5$ Дж/см²; $N = 5$; б – $E_s = 10$ Дж/см²; $N = 5$

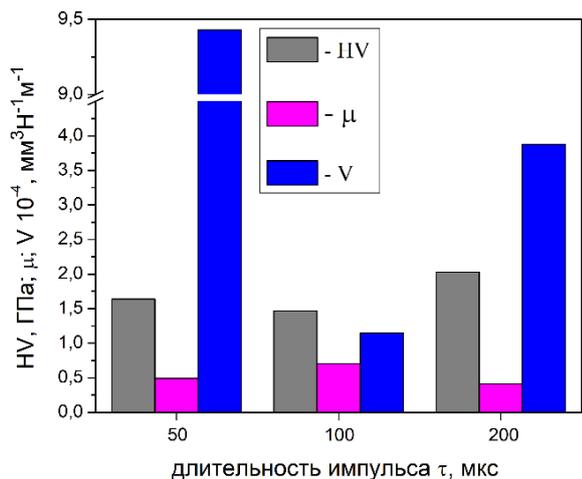


Рис. 7. Гистограмма значений микротвердости, коэффициента трения и параметра износа для системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО в зависимости от длительности импульса ($E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $N = 5$)

Fig. 7. Histogram of microhardness, friction coefficient and wear parameter for the TiN coating/silumin substrate system after EBT depending on pulse duration ($E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $N = 5$)

Шероховатость системы с изменением длительности импульса сначала меняется скачком в 1,5 и 1,2 раза соответственно для R_a и R_z при переходе от покрытия без ЭПО к режиму с ЭПО при $\tau = 50 \text{ мкс}$ (рис. 8.). При дальнейшем увеличении длительности импульса шероховатость уменьшается линейно практически до исходного значения.

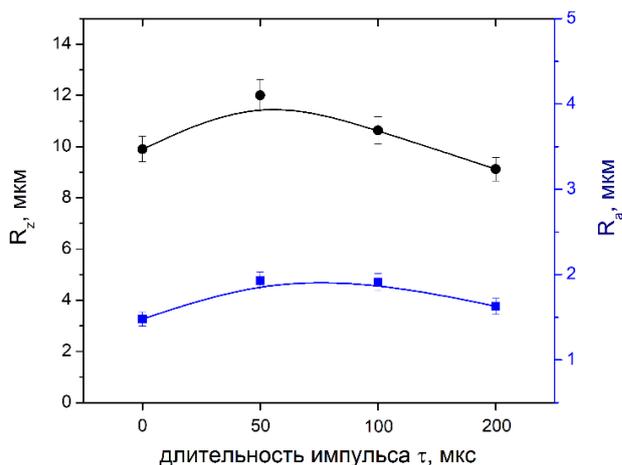


Рис. 8. Зависимости шероховатости (R_z , R_a) от длительности импульса электронного пучка ($E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $N = 5$)

Fig. 8. Roughness (R_a , R_z) vs. pulse duration ($E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $N = 5$)

При уменьшении длительности импульса с 200 до 50 мкс (рис. 9, а, б; табл. 2) наблюдается уменьшение доли фаз TiN-покрытия, увеличение доли алюминия и уменьшение доли кремния в приповерхностном слое системы «покрытие/подложка». Вероятно, это связано с частичным разрушением нитридов покрытия, вплавлением покрытия в подложку, измельчением и аморфизацией кремния при краткосрочном вводе энергии.

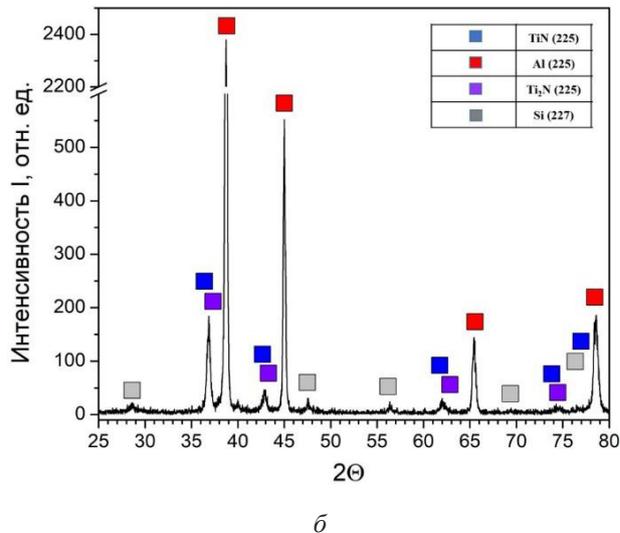
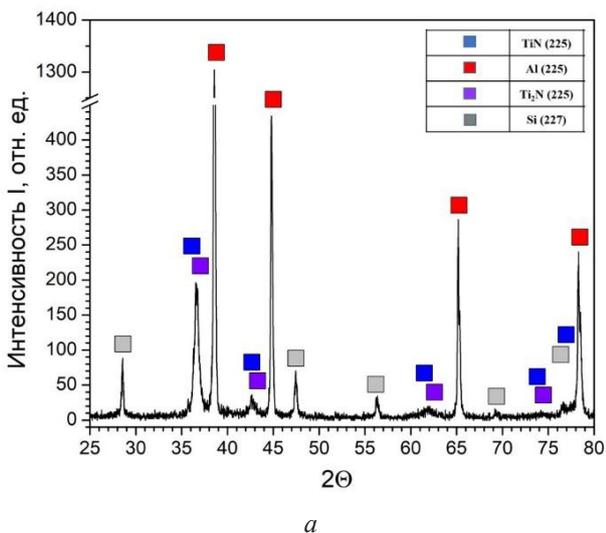


Рис. 9. Участки рентгенограмм системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО: а – $E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$; б – $E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $N = 5$

Fig. 9. Fragments of x-ray patterns of the TiN coating/silumin substrate system after EBT: а – $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ μs}$; $N = 5$; б – $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 50 \text{ μs}$; $N = 5$

Таблица 2. Результаты рентгеноструктурного анализа образцов после ЭПО

Table 2. The results of the XRD analysis of the samples after EBT

Режим ЭПО / Mode of EBT	Обнаруженные фазы / Observed phases	Содержание фаз, вес. % / Phase content, wt.%	Параметры решетки, Å / Lattice parameter, Å	Размер ОКР, нм / Size of CSR, nm	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$
$E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 5$ / $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$	TiN (225)	15	$a = 4,2324$	24	3,8
	Ti ₂ N (225)	10	$a = 4,2114$	25	1,5
	Al (225)	69	$a = 4,0149$	38	1,1
	Si (227)	15	$a = 4,2324$	24	3,8
$E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 50 \text{ мкс}$; $N = 5$ / $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 50 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 5$	TiN (225)	9	$a = 4,2426$	26	1,4
	Ti ₂ N (225)	<3	$a = 4,2197$	–	–
	Al (225)	87	$a = 4,0431$	58	1,7
	Si (227)	<3	$a = 5,4198$	–	–

Изменение количества импульсов обработки электронным пучком субмиллисекундной длительности в диапазоне 1–15 слабо влияет на твердость поверхностного слоя, она изменяется в пределах 1,47–2,03 ГПа (рис. 10). Коэффициент трения также в этих пределах значений изменяется от 0,4 до 0,6 и не имеет особой зависимости от количества импульсов. Параметр износа при переходе от 1 к 3 импульсам скачком увеличивается в 3 раза, а при дальнейшем увеличении количества импульсов линейно снижается до $1,14 \cdot 10^{-4} \text{ мм}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1}$.

Стоит отметить, что свойства силумина эвтектического состава без какой-либо электронно-ионно-плазменной обработки были следующими: микротвердость, измеренная при нагрузке 200 мН, 1,1 ГПа; коэффициент трения – 0,56; параметр износа $7,7 \cdot 10^{-4} \text{ мм}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1}$ [18].

Шероховатость (R_a , R_z) слабо зависит от количества импульсов воздействия электронным пучком при $\tau = 200 \text{ мкс}$; $E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$ (рис. 11) и в пределах погрешности изменяется от 1,6 до 1,8 мкм и от 9,1 до 10,7 мкм, соответственно.

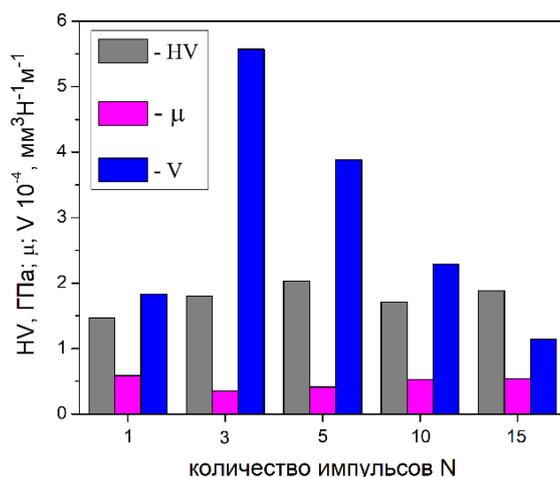


Рис. 10. Гистограмма значений микротвердости, коэффициента трения и параметра износа для системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО в зависимости от количества импульсов ($\tau = 200 \text{ мкс}$; $E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$)

Fig. 10. Histogram of microhardness, friction coefficient and wear parameter for the TiN coating/silumin substrate system after EBT depending on pulse number ($\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$)

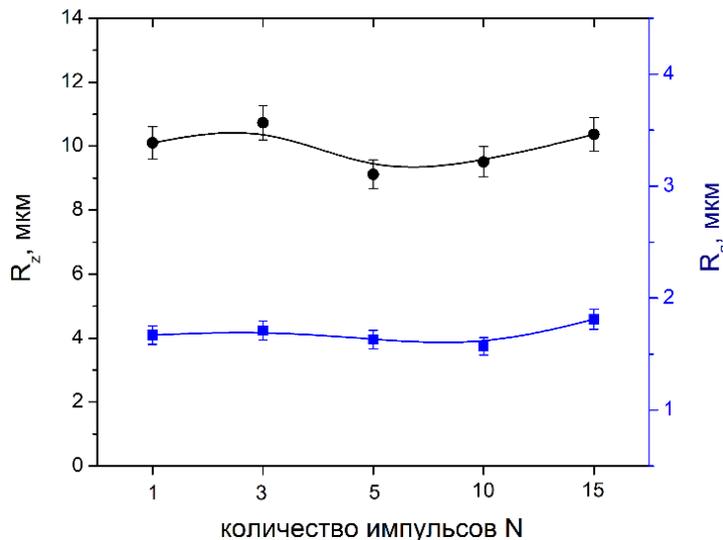


Рис. 11. Зависимости шероховатости (R_z , R_a) от количества импульсов ($\tau = 200$ мкс; $E_s = 15$ Дж/см²)

Fig. 11. Roughness (R_a , R_z) vs. pulse number ($\tau = 200$ μ s; $E_s = 15$ J/cm²)

Фазовый состав, также как механические и трибологические характеристики, изменяется незначительно при изменении количества импульсов воздействия с 1 до 15, в пределах 1–2 вес.% (рис. 3, табл. 3).

Наблюдается небольшое уменьшение содержания кремния, что связано, по ранним исследованиям, с его измельчением и превращением в рентгеноаморфный.

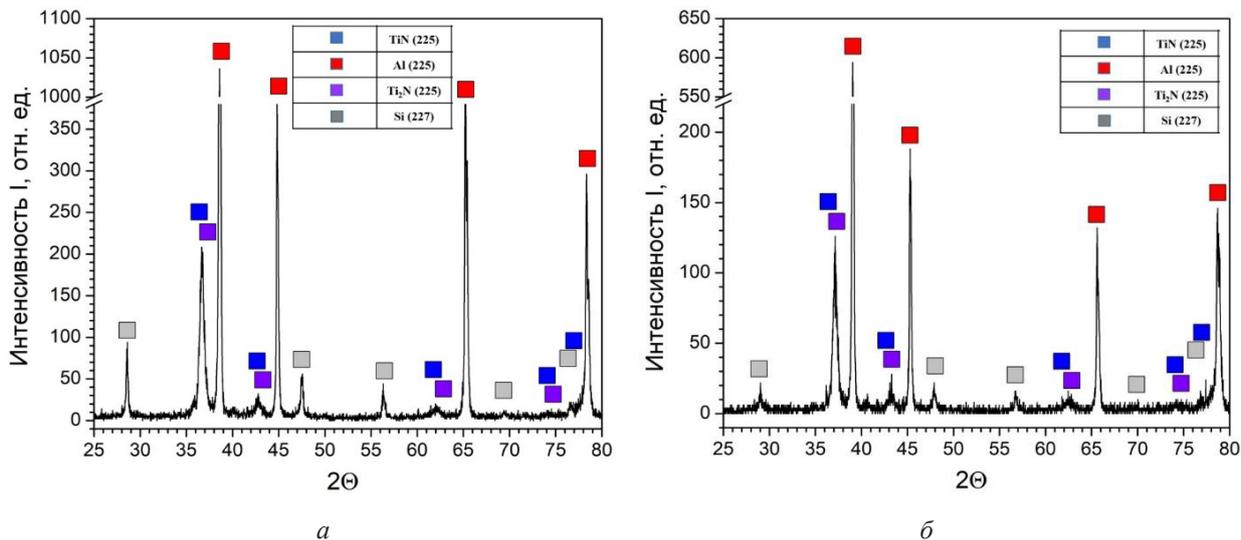


Рис. 12. Участки рентгенограмм системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» после ЭПО:

a – $E_s = 15$ Дж/см²; $\tau = 200$ мкс; $N = 1$;
б – $E_s = 15$ Дж/см²; $\tau = 200$ мкс; $N = 15$

Fig. 12. Fragments of x-ray patterns of the TiN coating/silumin substrate system after EBT:

a – $E_s = 15$ J/cm²; $\tau = 200$ μ s; $N = 1$;
б – $E_s = 15$ J/cm²; $\tau = 200$ μ s; $N = 15$

Таблица 3. Результаты рентгеноструктурного анализа образцов после ЭПО

Table 3. The results of the XRD analysis of the samples after EBT

Режим ЭПО / Mode of EBT	Обнаруженные фазы / Observed phases	Содержание фаз, вес. % / Phase content, wt. %	Параметры решетки, Å / Lattice parameter, Å	Размер ОКР, нм / Size of CSR, nm	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$
$E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 1$ / $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 1$	TiN (225)	14	$a = 4,2289$	31	3,9
	Ti ₂ N (225)	10	$a = 4,2165$	35	0,3
	Al (225)	70	$a = 4,0225$	48	0,5
	Si (227)	6	$a = 5,3854$	33	3
$E_s = 15 \text{ Дж/см}^2$; $\tau = 200 \text{ мкс}$; $N = 15$ / $E_s = 15 \text{ J/cm}^2$; $\tau = 200 \text{ }\mu\text{s}$; $N = 15$	TiN (225)	13	$a = 4,2121$	26	1,7
	Ti ₂ N (225)	11	$a = 4,2014$	28	2,9
	Al (225)	72	$a = 3,9990$	44	1,6
	Si (227)	4	$a = 5,3569$	27	1,2

Выводы

1. Выявлено, что для электронно-пучкового воздействия, приводящего к увеличению механических и трибологических характеристик системы «нитридное покрытие/подложка из силумина», необходимо облучение электронным пучком субмиллисекундной длительности при плотности энергии в диапазоне 5–15 Дж/см². Диапазон 20–30 Дж/см² можно использовать для получения поверхностного сплава без сохранения фаз исходного нитридного покрытия.

2. Установлено, что при выбранной системе «покрытие/подложка» нежелательным является краткосрочный ввод энергии (≤ 50 мкс), предпочтительным является длительность импульса в диапазоне 100–200 мкс. В этом случае не происходит разрушения нитридного покрытия и увеличения шероховатости. Формируется высокоадгезионная износостойкая система толщиной ~10 мкм.

3. Показано, что количество импульсов воздействия электронным пучком на систему «нитридное покрытие/подложка из силумина» практически не оказывает влияния на ее фазовый состав и структуру, механические и трибологические свойства в диапазоне 1–15 импульсов при относительно низкой плотности энергии (до 15 Дж/см²).

4. Установлено, что в случае нанесения нитридных покрытий типа TiN как этапа комплексной электронно-ионно-плазменной обработки силумина эвтектического состава рациональней использовать толщину нитридных покрытий 0,5–2 мкм для получения твердого ($HV \geq 2,2$ ГПа), износостойкого ($\sim 1 \cdot 10^{-4}$ мм³Н⁻¹м⁻¹) и высокоадгезионного ($L > 2,5$ Н) поверхностного слоя системы «нитридное покрытие/подложка из силумина».

5. Выявлено, что оптимальными режимами, рекомендованными для получения поверхностного слоя системы «TiN-покрытие/силуминовая подложка» без или с незначительным разрушением нитридного покрытия, с относительно высокими твердостью, износостойкостью, адгезионной прочностью, низкими шероховатостью и коэффициентом трения, можно считать следующие: $\tau = 200$ мкс, $N = 15$, $E_s = 15$ Дж/см²; $\tau = 100$ мкс, $N = 5$, $E_s = 15$ Дж/см²; $\tau = 50$ мкс, $N = 5$, $E_s = 5$ Дж/см².

Благодарности / Acknowledgments

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (FWRM-2021-0006). Результаты рентгеновской дифракции и РЭМ получены в НОЦ «Физика и химия вы-

сокоэнергетических систем» Национального исследовательского Томского государственного университета.

This research was funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (FWRM-2021-0006). The results of x-ray diffraction and SEM were obtained at the Research and Education Center “Physics and Chemistry of High-Energy Systems” of Tomsk State University.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Koval N. N., Koval T. V., Krysinina O. V., Ivanov Yu. F., Teresov A. D., Moskvina P. V., An Tran M. K., Prokopenko N. A., Petrikova E. A. Experimental Study and Mathematical Modeling of the Processes Occurring in ZrN Coating/Silumin Substrate Systems under Pulsed Electron Beam Irradiation // *Coatings*. 2021. V. 11, Iss. 12. Article number 1461. DOI: 10.3390/coatings11121461.
2. Akhmadeev Yu. H., Ivanov Yu. F., Krysinina O. V., Lopatin I. V., Petrikova E. A., Rygina M. E. Electron-ion-plasma modification of carbon steel // *High Temperature Material Processes*. 2021. V. 25, Iss. 1. P. 47–55. DOI: 10.1615/HighTempMatProc.2021038031.
3. Rotshtein V. P., Ivanov Yu. F., Markov A. B., Proskurovsky D. I., Karlik K. V., Oskomov K. V., Uglov V. V., Kuleshov A. K., Novitskaya M. V., Dub S. N., Pauleau Y., Shulepov I. A. Surface alloying of stainless steel 316 with copper using pulsed electron-beam melting of film–substrate system // *Surface and Coatings Technology*. 2006. V. 200, Iss. 22–23. P. 6378–6383. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.11.007.
4. Xu M., Yu X., Zhang S., Yan S., Tarbokov V., Remnev G., Le X. Microstructure Formation and Mechanical Properties of Metastable Titanium-Based Gradient Coating Fabricated via Intense Pulse Ion Beam Melt Mixing // *Materials*. 2023. V. 16, Iss. 8. P. 3028. DOI: 10.3390/ma16083028.
5. Vorobyov M. S., Petrikova E. A., Shin V. I., Moskvina P. V., Moskvina P. V., Ivanov Y. F., Koval N. N., Koval T. V., Prokopenko N. A., Kartavtsov R. A., Shpanov D. A. Steel Surface Doped with Nb via Modulated Electron-Beam Irradiation: Structure and Properties // *Coatings*. 2023. V. 13, Iss. 6. Article number 1131. DOI: 10.3390/coatings13061131.
6. Mueller G., Engelko V., Weisenburger A., Heinzl A. Surface alloying by pulsed intense electron beams // *Vacuum*. 2005. V. 77, Iss. 4. P. 469–474. DOI: 10.1016/j.vacuum.2004.09.018.
7. Markov A. B., Yakovlev E. V., Petrov V. I. Formation of Surface Alloys With a Low-Energy High-Current Electron Beam for Improving High-Voltage Hold-Off of Copper Electrodes // *IEEE Transactions on Plasma Science*. 2013. V. 41, Iss. 8. P. 2177–2182. DOI: 10.1109/TPS.2013.2254501.
8. Uglov V. V., Kudaktsin R. S., Petukhov Yu. A., Kvasov N. T., Punko A. V., Astashynski V. M., Kuzmitski A. M. Mass transfer in “metal layer–silicon substrate” systems under the action of compression plasma flows // *Applied Surface Science*. 2012. V. 258, Iss. 19. P. 7377–7383. DOI: 10.1016/j.apsusc.2012.04.035.
9. Sari A. H., Astashynski V. M., Kuzmitski A. M., Petukhov Y. A., Uglov V. V. Phase transformations in Ta-Si system induced by compression plasma flow // *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 2014. V. 65, No. 1. Article number 10801. DOI: 10.1051/epjap/2013130342.
10. Shymanski V. I., Cherenda N. N., Uglov V. V., Astashynski V. M., Kuzmitski A. M. Structure and phase composition of Nb/Ti system subjected to compression plasma flow impact // *Surface and Coatings Technology*. 2015. V. 278. P. 183–189. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.08.014.
11. Markov A. Melting Thresholds of Materials Irradiated with a Wide Class of Pulsed Electron Beams // *Coatings*. 2023. V. 13, Iss. 8. Article number 1425. DOI: 10.3390/coatings13081425.
12. Markov A. B., Yakovlev E. V., Solovyov A. V., Slobodyan M. S. Synthesis of the Fe–Cr–Al–Zr Surface Alloy with an Amorphous Transition Layer // *Russian Physics Journal*. 2023. V. 66. P. 410–415. DOI: 10.1007/s11182-023-02955-8.
13. Markov A., Solovyov A., Yakovlev E., Slobodyan M. Prediction of the composition of surface alloys formed via pulsed melting of preliminary deposited coatings // *Materials Chemistry and Physics*. 2022. V. 292. Article number 126821. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2022.126821.
14. Vardanyan E. L., Ramazanov K. N., Nagimov R. S., Nazarov A. Yu. Complex modification of the surface of high-speed steel in low-temperature high-density plasma // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. V. 1393. Article number 012145. DOI: 10.1088/1742-6596/1393/1/012145.
15. Grigor’ev S. N., Fedorov S. V., Pavlov M. D., Okun’kova A. A., So Y. M. Complex surface modification of carbide tool by Nb + Hf + Ti alloying followed by hardfacing (Ti + Al)N // *Journal of Friction and Wear*. 2013. V. 34. P. 14–18. DOI: 10.3103/S1068366613010054.
16. Valkov S., Ormanova M., Petrov P. Electron-Beam Surface Treatment of Metals and Alloys: Techniques and Trends // *Metals*. 2020. V. 10, Iss. 9. Article number 1219. DOI: 10.3390/met10091219.

17. Mei X., Zhang X, Zhang L., Li N., Zhang P., Guo Y., Koval N. N. Enhancing the Oxidation Resistance of NiCrAlY Bond Coat by High-Current Pulsed Electron Beam Irradiation // *Coatings*. 2021. V. 11, Iss. 8. Article number 912. DOI: 10.3390/coatings11080912.

18. Прокопенко Н. А., Тересов А. Д., Крысина О. В., Петрикова Е. А., Рыгина М. Е. Оптимизация режимов предварительной электронно-ионно-плазменной обработки поверхностного слоя силумина до нанесения нитридных покрытий // *Proceedings of 8th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects*. Tomsk: TPU Publishing House, 2022. P. 985–991. DOI: 10.56761/EFRE2022.C3-P-948701.

19. Shugurov V. V., Koval N. N., Krysina O. V., Prokopenko N. A. QUINTA equipment for ion-plasma modification of materials and products surface and vacuum arc plasma-assisted deposition of coatings // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. V. 1393. Article number 012131. DOI: 10.1088/1742-6596/1393/1/012131.

20. Крысина О. В., Тересов А. Д., Москвин П. В., Коваль Н. Н., Иванов Ю. Ф., Ахмадеев Ю. Х., Лопатин И. В. Изменение локальной температуры материала при электронно-пучковой обработке и ее влияние на свойства модифицированного слоя // *Известия вузов. Физика*. 2019. № 62 (7). С. 39–46. DOI: 10.1007/s11182-019-01828-3.