

PACS numbers: 61.72.Ff, 62.20.Qp, 68.35.Ct, 68.37.-d, 81.15.Rs, 81.40.Wx, 81.65.Lp

Структурно-фазовые состояния титана после электровзрывного легирования и последующей электроннопучковой обработки

С. В. Карпий, М. М. Морозов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов*,
В. Е. Громов

*Сибирский государственный индустриальный университет,
ул. Кирова, 42,
654007 Новокузнецк, Россия*
**Институт сильноточной электроники СО РАН,
просп. Академический, 4,
634021 Томск, Россия*

Методами сканирующей и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии изучены особенности рельефа поверхности, структуры и фазового состава упрочненных слоев технически чистого титана при электровзрывном алитировании и бороалитировании и последующей электроннопучковой обработке. Изучено распределение микротвердости по глубине. Показано, что комбинированная обработка приводит к формированию низкой шероховатости поверхности и характеризуется малым количеством микротрещин. Общая глубина зоны воздействия при алитировании и бороалитировании составляет 25 и 90 мкм, а микротвердость поверхности возрастает в 2,3 и 5,5 раза соответственно. По глубине зоны комбинированного воздействия располагаются три слоя, закономерно связанные друг с другом: приповерхностный слой, граница которого определяется глубиной электроннопучковой обработки; промежуточный слой с измененным фазовым составом, вызванным электровзрывным легированием; слой термического влияния, в котором упрочнение достигается вследствие структурно-фазовых изменений основы сплава. Установлено, что упрочнение достигается вследствие формирования многофазной структуры, содержащей нано- и микрокристаллические частицы интерметаллидов системы титан–алюминий; при бороалитировании также обнаружены бориды алюминия и титана различной морфологии.

Виконано зміцнення поверхні технічно чистого титану електровибуховим алітуванням і бороалітуванням та наступною електроннопучковою обробкою. Методами сканівної і просвітної дифракційної електронної мікроскопії вивчено особливості рельєфу поверхні, структури й фазового скла-

ду зміцнених шарів. Вивчено розподіл мікротвердості за глибиною. Показано, що комбінована обробка призводить до формування низької шорсткості поверхні й характеризується малою кількістю мікротріщин. Загальна глибина зони впливу за алітування і бороалітування становить 60 і 90 мкм, а мікротвердість поверхні зростає в 2,3 і 5,5 раз відповідно. За глибиною зони комбінованого впливу розташовуються три шари, закономірно пов'язані один з одним: приповерхневий шар, межа якого визначається глибиною електронножмутової обробки; проміжний шар зі змінним фазовим складом, викликаним електровибуховим легуванням; шар термічного впливу, у якому зміцнення досягається внаслідок структурно-фазових змін основи стопу. Встановлено, що зміцнення досягається внаслідок формування багатофазної структури, що містить нано- та мікрокристалічні частинки інтерметалідів системи титан-алюміній; за бороалітування виявлено також бориди алюмінію й титану різної морфології.

The features of a surface relief, structure and phase composition of the hardened layers of commercially pure titanium after electroexplosive aluminizing and boroaluminizing with the subsequent electron-beam treatment are studied by methods of scanning and transmission electron-diffraction microscopies. The distribution of microhardness in depth is studied. As shown, the combined treatment leads to formation of a low roughness of a surface and is characterized by small quantity of microcracks. The total depth of a zone of influence at aluminizing and boroaluminizing is 60 and 90 μm , respectively. The microhardness of a surface increases in 2.3 and 5.5 times, accordingly. Along the depth of the combined-treatment zone, three layers naturally connected with each other are observed: the near-surface layer, which has a boundary determined by the depth of the electron-beam treatment; the intermediate layer with the changed phase composition caused by the electroexplosive alloying; the layer of a thermal influence, in which the hardening is reached due to the structure-phase changes of an alloy base. As revealed, the hardening under electroexplosive aluminizing and electron-beam treatment is reached due to formation of the multiphase structure containing nano- and microcrystalline particles of intermetallic compounds of the titanium-aluminium system; under boroaluminizing, the aluminium and titanium borides of various morphology are also revealed.

Ключевые слова: электровзрывное легирование, электроннопучковая обработка, структура, фазовый состав, микротвердость.

(Получено 15 марта 2010 г.)

ВВЕДЕНИЕ

Легирование поверхности — один из наиболее эффективных путей упрочнения и защиты конструкционных и инструментальных сталей и сплавов. В последнее десятилетие получило значительное развитие электровзрывное легирование (ЭВЛ), суть которого состоит в изменении структурно-фазовых состояний и свойств металлов

и сплавов путем обработки поверхности импульсной плазменной струей, сформированной из продуктов электрического взрыва проводников. Основные закономерности ЭВЛ изучены в работах [1–25]. Так же, как и при других аналогичных способах обработки с использованием магнитоплазменных компрессоров [26] и плазменно-детонационных установок [27], ЭВЛ проводится с оплавлением поверхности, а распределение легирующих элементов по глубине осуществляется конвективными процессами. Его важная особенность заключается в том, что источником легирующих элементов является сама многофазная струя продуктов взрыва, а результаты обработки определяются совместным действием теплового, силового и химического факторов воздействия на поверхность. При внесении в область взрыва порошковых частиц того или иного вещества, например бора [1, 3, 6, 12, 15], карбида кремния [28] и других, они участвуют в формировании струи и легировании оплавленной поверхности. При этом на поверхности зоны легирования формируется покрытие с высокоразвитым рельефом, образованное порошковыми частицами и конденсированными частицами продуктов взрыва проводников, которые располагаются в тылу струи. Импульсный характер обработки приводит к формированию резких градиентов структуры, фазового состава и свойств по глубине зоны легирования и на границе с зоной термического влияния, сопровождается незавершенностью структурно-фазовых превращений.

Оптимизация структуры и свойств упрочняемых при ЭВЛ поверхностей может достигаться при использовании дополнительной электроннопучковой обработки (ЭПО), вызывающей переплавление поверхности легирования. В работах [29–32], выполненных на углеродистой стали 45 после электровзрывного меднения, алитирования и бороалитирования, показано, что комбинированная обработка позволяет уменьшить шероховатость поверхности ЭВЛ, сгладить градиенты, сохраняя при этом уровень микротвердости до семи раз более высоким, чем у стали с феррито-перлитной структурой в исходном состоянии. Однако они еще не позволяют развить модельные представления о процессах и механизмах упрочнения при комбинированной обработке, что вызывает необходимость дальнейших исследований ее возможностей. Целью настоящей работы является анализ новых результатов, полученных при изучении рельефа поверхности, строения, структурно-фазовых состояний и микротвердости зоны электровзрывного алитирования и бороалитирования и последующей ЭПО титана.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования процессов легирования был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0, как типичный представитель сплавов с

α -структурой, широко используемых в авиационной технике в качестве конструкционного сплава. Недостатками титановых сплавов является их высокая схватываемость с парой трения и как следствие низкая износостойкость. Вместе с тем, из различных видов химико-термической обработки с целью повышения их износостойкости в промышленном масштабе применяется только азотирование. Важной задачей является также повышение рабочих температур сплавов до 700–800°C с обеспечением комплекса характеристик по сопротивлению ползучести, усталости, окислению, термической стабильности и т.д. ЭВЛ может найти применение для поверхностного упрочнения деталей из титановых сплавов, работающих в условиях изнашивания, в том числе при повышенных и высоких температурах.

Известно, что высокой износостойкостью обладают упрочненные слои на основе карбидных, нитридных, боридных и оксидных фаз. Высокой стойкостью к высокотемпературному окислению в воздухе обладают интерметаллиды алюминия. Это определило выбор азотирования и бороазотирования как видов ЭВЛ в настоящей работе.

Как и в [1–25], одно- и двухкомпонентное ЭВЛ осуществляли путем электрического взрыва тонких алюминиевых фольг массой 120 мг. При бороазотировании в области взрыва размещали порошок аморфного бора массой 60 мг. По количеству вещества содержание бора в струе было выше, чем алюминия в 1,2 раза. Условия для осуществления легирования задавали величиной зарядного напряжения емкостного накопителя энергии установки, разряжаемого на плазменный ускоритель коаксиально-торцевого типа. Оно обеспечивало за время обработки 100 мкс поглощаемую плотность мощности 4,7 ГВт/м² и давление в ударно-сжатом слое вблизи поверхности 11,2 МПа. При этом на поверхности образовывался слой расплава, который насыщался компонентами плазменной струи. Давление в технологической камере установки составляло 100 Па.

ЭПО поверхности легирования осуществляли на установке Института сильноточной электроники СО РАН «СОЛО» [33] при следующих основных параметрах облучения: плотность энергии пучка электронов $E_s = 10\text{--}30$ Дж/см², длительность импульса воздействия пучка $\tau = 50\text{--}200$ мкс, частота следования импульсов $f = 0,3$ Гц, число импульсов воздействия $N = 2\text{--}200$. Обработку осуществляли в среде аргона рабочей камеры при давлении 0,02 Па.

ЭВЛ и ЭПО хорошо сочетаются друг с другом. Они имеют сопоставимые значения интенсивности и времени импульса, диаметра облучаемой поверхности (порядка нескольких сантиметров), глубины зоны воздействия. Вместе с тем, ЭПО не оказывает такого большого давления на поверхность, как импульсная плазменная струя.

Упрочнение поверхности оценивали по уровню микротвердости, для определения которой использовали прибор ПМТ-3. Точность

измерений составляла 7–10%. Исследования структурно-фазовых состояний упрочненных слоев проводили с использованием методов электронной сканирующей (прибор SEM-515 Phillips) и просвечивающей дифракционной микроскопии тонких фольг (прибор ЭМ-125). Размеры структурных составляющих материала и объемные доли фаз определяли с применением методов планиметрии [34].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Распределение микротвердости по глубине. Исследования микротвердости образцов титана ВТ1-0, подвергнутого электровзрывному алитированию и последующей ЭПО, выполненной в широком интервале изменения плотности энергии пучка электронов и количества импульсов, показали, что увеличение плотности энергии E_s в пределах 20–30 Дж/см² при длительности $\tau = 50$ мкс и количестве импульсов $N = 2–10$ приводит к увеличению микротвердости поверхности обработки с 480 до 680 HV. Толщина упрочненного слоя (при 400 HV) при этом изменяется незначительно. Оптимальным является режим, при котором $E_s = 30$ Дж/см², $N = 10$ имп., $\tau = 50$ мкс, $f = 0,3$ Гц. В этом случае (рис. 1) микротвердость поверхности обработки, так же как и после алитирования, увеличивается более чем в 2,3 раза, достигая 700 HV. При этом комбинированная обработка приводит к увеличению толщины упрочненного слоя по сравнению со случаем одного электровзрывного алитирования от 10 до 25 мкм, т.е. в 2,5 раза.

Микротвердость поверхности после электровзрывного бороалитирования увеличивается в 3,5 раза, достигая 1050 HV. Исследования микротвердости образцов после комбинированной обработки

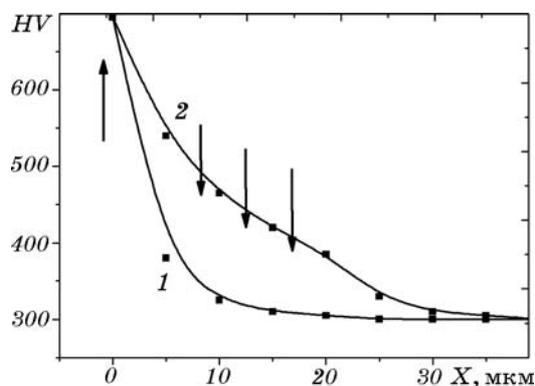


Рис. 1. Зависимость микротвердости от расстояния до поверхности обработки образца технического титана ВТ1-0 после электровзрывного легирования алюминием (кривая 1) и последующей ЭПО (кривая 2).

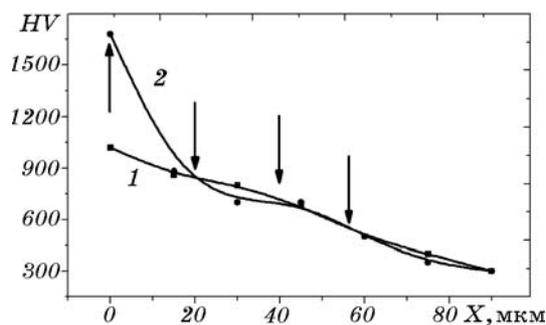


Рис. 2. Распределение микротвердости по глубине обработки титана после электровзрывного бороалитирования (кривая 1) и последующей ЭПО (кривая 2). Стрелками указаны расстояния, на которых проводилась электронная дифракционная микроскопия.

показали, что оптимальным является режим, при котором $E_s = 25$ Дж/см², $N = 5$ имп., $\tau = 50$ мкс, $f = 0,3$ Гц. В этом случае (рис. 2) микротвердость поверхности увеличивается в 5,5 раз по отношению к микротвердости поверхности образца в исходном состоянии, достигая уровня 1680 HV, и в 1,6 раза по отношению к микротвердости поверхности образца после электровзрывного бороалитирования. В обоих случаях с глубиной микротвердость монотонно падает, достигая уровня основы на глубине 80–90 мкм. Заметное отличие в распределениях микротвердости наблюдается в приповерхностном слое глубиной 20–30 мкм.

ЭПО поверхности электровзрывного алитирования титана.

Анализ результатов сканирующей электронной микроскопии показал, что на поверхности ЭВЛ титана формируется неоднородное по толщине тонкое (до 1–2 мкм) покрытие (рис. 3). Оно образовано неравномерно распределенными микрочастицами продуктов взрыва алюминиевой фольги, оседающими из тыла многофазной плазменной струи. Размеры частиц изменяются в пределах от 1 до 180 мкм. На поверхности выявляются также микропоры с размерами от 150 до 700 нм и микротрещины. Последующая обработка импульсным электронным пучком сопровождается высокоскоростным плавлением и охлаждением поверхности, сглаживанием ее рельефа в результате действия капиллярных сил, уменьшением количества микротрещин.

При исследовании поперечных химически протравленных шлифов выявляется слоистая структура, в которой можно выделить три слоя: приповерхностный, переходный и слой термического влияния (рис. 4). Приповерхностный слой резко отличается от остального объема материала контрастом травления. Его толщина изменяется в пределах от 15 мкм до 50–60 мкм.

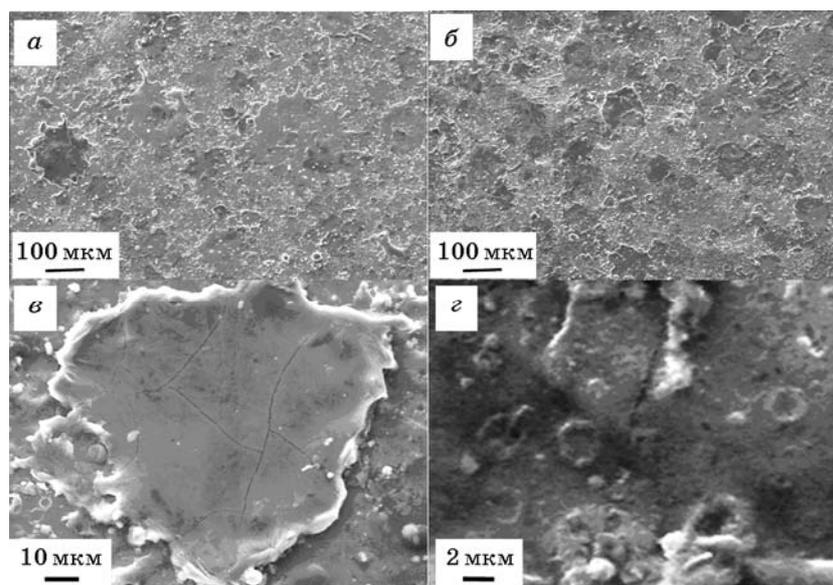


Рис. 3. Структура поверхности технического чистого титана VT1-0, подвергнутого электровзрывному алитированию. Сканирующая электронная микроскопия.

Структура приповерхностного слоя весьма неоднородна по толщине. На глубине до 1–2 мкм она представлена преимущественно образованиями сферической формы. Далее выделяется слой толщиной 5–7 мкм. По морфологическому признаку в нем выделяются образования пластинчатой (иглообразной) формы и образования округлой (глобулярной) формы. Продольные размеры пластин из-

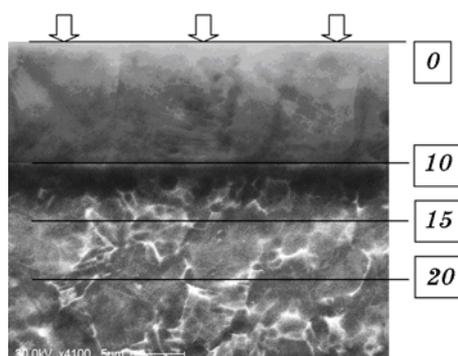


Рис. 4. Структура поперечного шлифа образца технического чистого титана VT1-0 после электровзрывного алитирования и последующей электронно-пучковой обработки. Стрелками указана упрочненная поверхность.

меняются в пределах 3–7 мкм, а поперечные — в пределах 0,2–0,3 мкм. Пластины группируются в пакеты, содержащие по 3–5 пластин. Размеры образований округлой формы изменяются в пределах 70–300 нм. Ниже, в слое толщиной 5–8 мкм, формируется структура смешанного типа, содержащая образования пластинчатой и округлой формы.

Переходный слой толщиной 1–5 мкм имеет зёрненное строение с размерами зерен в пределах от 1 до 2,5 мкм. По мере удаления от поверхности обработки в зоне термического влияния средние размеры зерен увеличиваются. По границам зерен наблюдаются выделения второй фазы.

Электронно-микроскопические исследования фольг, приготовленных из поверхностного слоя с пониженной травимостью образца технически чистого титана после комбинированной обработки, выявили существенное многообразие структуры материала. Во-первых, присутствует грубая пластинчатая структура α -титана; поперечные размеры пластин изменяются в пределах от 150 до 500 нм (рис. 5). Пластины разделены прослойками β -титана и сгруппированы в пакеты (пачки). Во-вторых, выявляются области, в которых α -титан присутствует в виде пластин (игл), средние размеры которых 20×150 нм (рис. 6). Пластины ориентированы в двух, реже, в трех направлениях. β -титан в данной структуре обнаруживается весьма редко. В-третьих, зерна α -титана, в объеме которых наблюдаются пластины (ленты) β -титана (рис. 7). Объемная доля β -титана, усредненная по всем обнаруженным состояниям, составляет $\approx 0,28$ структуры материала.

В структуре поверхностного слоя обнаружены алюминиды тита-

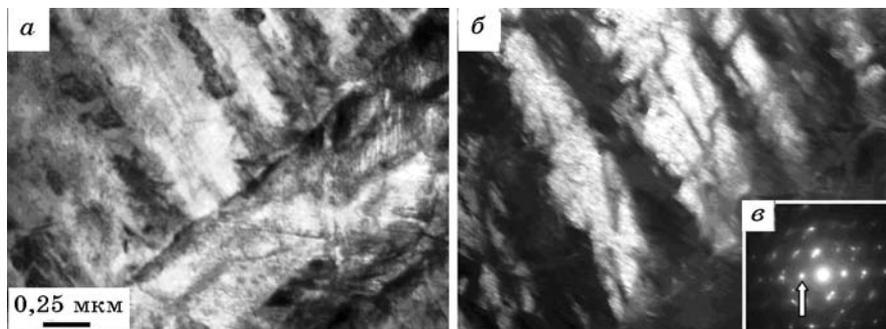


Рис. 5. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0. Дифракционная электронная микроскопия; *a* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в рефлексе [101] α -Ti; *в* — микроэлектронграмма, полученная с участка фольги, изображенного на *a*. Стрелкой на *в* указан рефлекс, в котором получено темное поле.

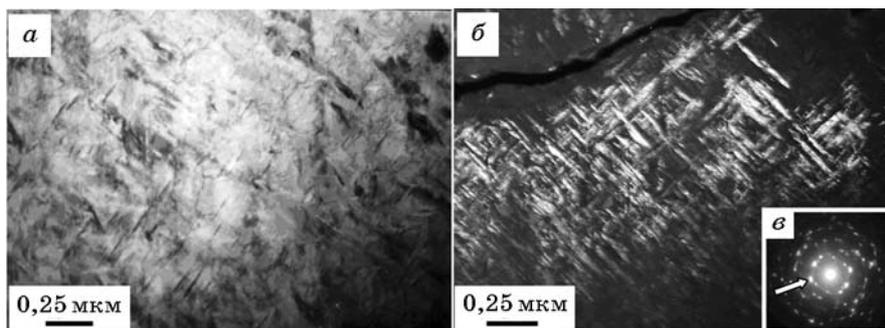


Рис. 6. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0. Дифракционная электронная микроскопия; *a* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в рефлексе $[101] \alpha\text{-Ti}$; *в* — микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, изображенного на *б* (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле).

на состава Al_3Ti . Частицы данной фазы имеют округлую форму, размеры их изменяются в пределах 20–50 нм. В объеме исследованного поверхностного слоя алюминиды расположены весьма неравномерно; выявляются места, в которых частицы расположены крайне редко, в других случаях частицы образуют сплошные протяженные области (рис. 8).

На глубине $\cong 10$ мкм объемная доля β -титана составляет $\cong 0,16$ структуры материала. Основной фазой является α -титан, который имеет пластинчатую структуру. Средние размеры поперечных пластин 160 нм, продольных — 800 нм. Пластины располагаются па-

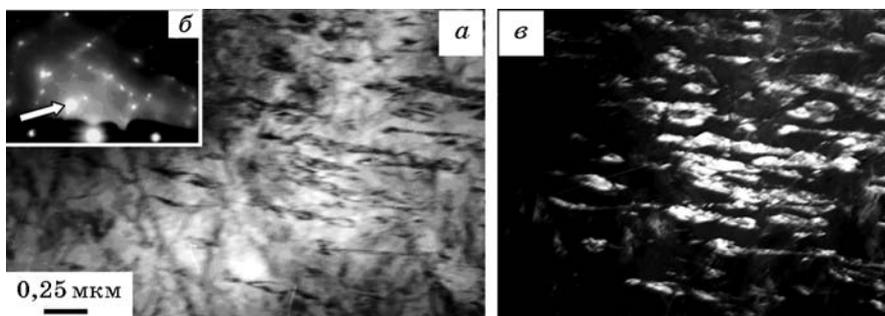


Рис. 7. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0. Дифракционная электронная микроскопия; *a* — светлопольное изображение; *б* — микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, изображенного на *a* (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле); *в* — темное поле, полученное в рефлексе $[110] \beta\text{-Ti}$.

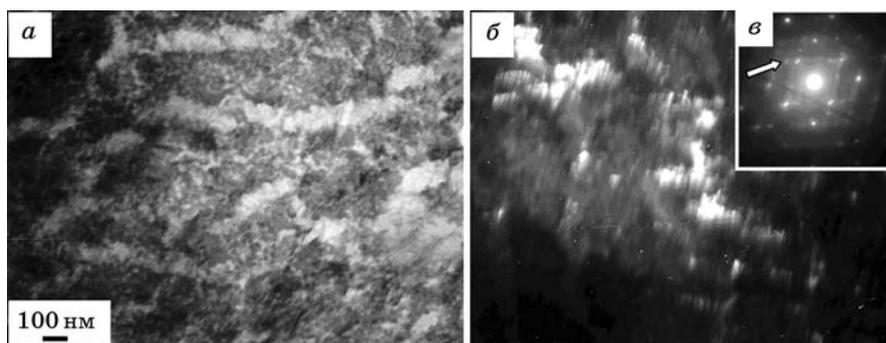


Рис. 8. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0. Дифракционная электронная микроскопия; *a* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в рефлексе $[213] \text{Al}_3\text{Ti}$; *в* — микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, изображенного на *a* (указан рефлекс, в котором получено темное поле).

раллельными рядами и сгруппированы в пакеты.

В отдельных случаях ($\cong 0,05$ структуры) наблюдались области материала, имеющие нерегулярную пластинчатую структуру (рис. 9). Микроэлектроннограммы, полученные с таких областей фольги, содержат рефлексы с высоким уровнем радиального и азимутального размытия (рис. 9, б). Оценка величины азимутальной состав-

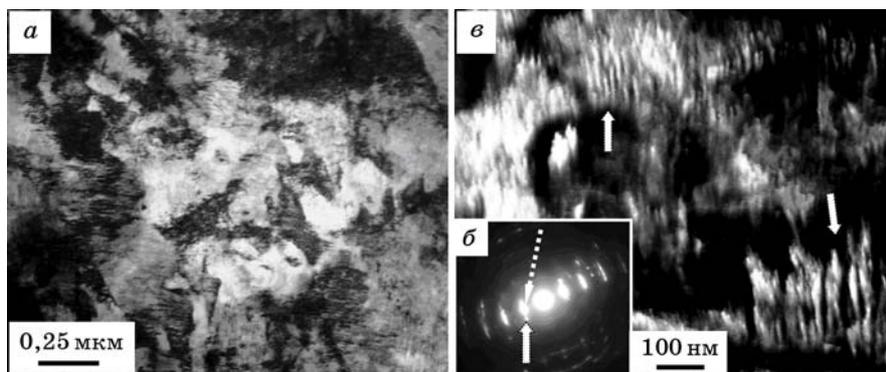


Рис. 9. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0 в слое, расположенном на глубине 10 мкм. Дифракционная электронная микроскопия: *a* — светлопольное изображение; *б* — микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, изображенного на *a*; *в* — темное поле, полученное в рефлексе $[100] \alpha\text{-Ti} + [200] \text{AlTi}_3$ (рефлекс указан на *б* пунктирной стрелкой). Фигурной стрелкой на *б* указан рефлекс $[201] \text{AlTi}_3$, на *в* — волокнистая структура.

ляющей угла полной разориентации элементов структуры таких областей дает значения $\cong 6^\circ$. Индицирование микроэлектроннограмм, полученных с данных участков фольги, наряду с рефлексамми α -титана позволило выявить рефлексы алюминиды титана состава $AlTi_3$ (рис. 9, б). Исследования структуры, выполненные с использованием метода темного поля, позволило выявить (в совпадающих рефлексах кристаллических решеток фаз α -титан и $AlTi_3$) в объеме пластин волокнистую (пластинчатую) структуру с размерами 20×120 нм (рис. 9, в). Можно предположить, что данные волокна и являются фазой $AlTi_3$. Объемная доля фазы $AlTi_3$ не превышает 0,01 структуры материала.

На глубине $\cong 15$ мкм объемная доля β -титана составляет $\cong 0,1$ структуры материала. Основной фазой является α -титан, который имеет преимущественно пластинчатую структуру. Поперечные размеры пластин составляют 15 нм, а продольные — 160 нм. Пластинки в объеме зерна ориентированы в двух-трех направлениях. По фазовому составу, размерам и морфологии данная структура подобна структуре поверхностного слоя (рис. 6).

На глубине $\cong 20$ мкм объемная доля β -титана составляет $\cong 0,09$ структуры материала. Основной фазой является α -титан, который имеет грубую пластинчатую структуру (рис. 10). Поперечные размеры пластин изменяются в широких пределах — от 50 до 650 нм. В объеме пластин α -титана присутствуют микродвойники, группирующиеся в пакеты (рис. 10, в).

Таким образом, среди механизмов упрочнения поверхностных слоев титана после электровзрывного алитирования и последующей ЭПО следует назвать общее измельчение структуры сплава, фиксирование высокотемпературной β -фазы, образование интерметалли-

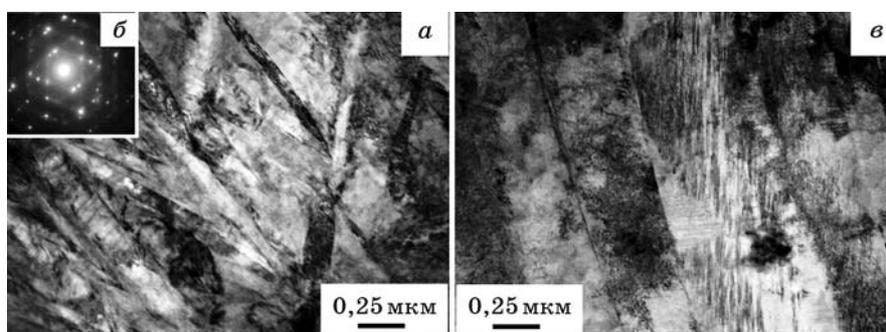


Рис. 10. Характерная микроструктура, формирующаяся при электронно-пучковой обработке поверхности электровзрывного алитирования титана ВТ1-0 в слое, расположенном на глубине 20 мкм. Дифракционная электронная микроскопия: *a, в* — светлопольные изображения; *б* — микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, изображенного на *a*.

дов, твердых растворов и дефектов структуры, таких как микро-двойники. Обращает на себя внимание то, что вблизи поверхности наблюдается образование частиц интерметаллида Al_3Ti с высоким содержанием алюминия, а в глубине — интерметаллида $AlTi_3$ с низким содержанием алюминия, что отражает характерное для ЭВЛ уменьшение содержания легирующих элементов с глубиной, обнаруженное ранее при исследовании других систем. Необычным при этом выглядит присутствие в структуре β -фазы, содержание которой также уменьшается с глубиной, поскольку алюминий относится к β -стабилизаторам структуры.

Следует отметить также, что после комбинированной обработки сформированная градиентная структура зоны алитирования не имеет тех особенностей, которые характерны для зоны ЭВЛ [1–25]. А именно, в ней не выделяется тонкий приповерхностный наноконструктивный слой, нет слоя с ячеистой кристаллизацией и тонкого наноструктурного слоя на границе зоны легирования с основой. Это может быть связано с эволюцией структурно-фазового состояния поверхностных слоев зоны легирования, вызванных дополнительной ЭПО.

ЭПО поверхности электровзрывного бороалитирования титана. Сканирующая электронная микроскопия показала, что на поверхности электровзрывного бороалитирования титана формируется неоднородное по толщине тонкое покрытие (рис. 11). Оно образовано микрочастицами продуктов взрыва алюминиевой фольги и бора, оседающими из тыла многофазной плазменной струи. Сканирующая электронная микроскопия, выполненная на поперечных шлифах образцов после комбинированной обработки, показала, что на поверхности формируется зона легирования, резко отличающаяся по контрасту от нижележащего материала основы (рис. 12). Ее

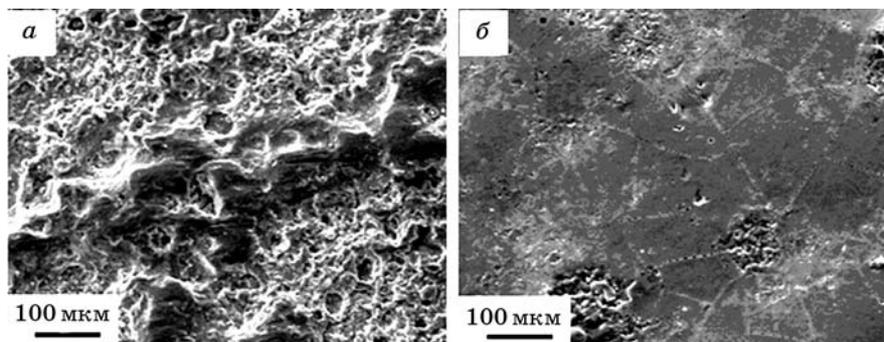


Рис. 11. Структура поверхности титана после электровзрывного бороалитирования (а) и последующей ЭПО (б). Сканирующая электронная микроскопия поверхности облучения.

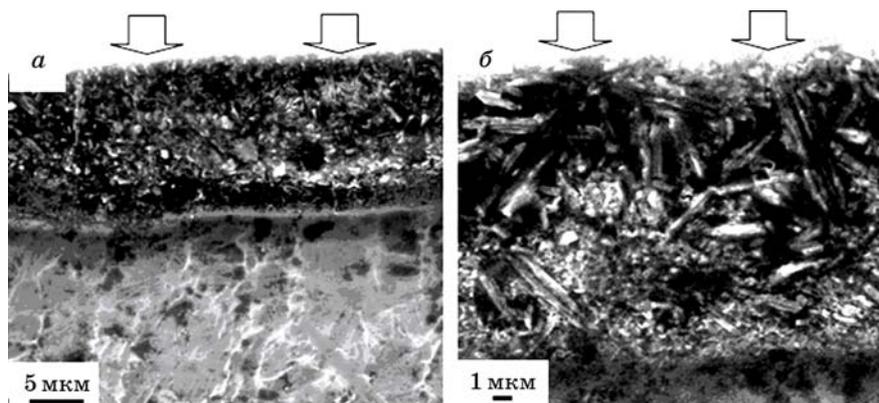


Рис. 12. Структура приповерхностного слоя титана после электровзрывного бороалитирования и последующей ЭПО. Сканирующая электронная микроскопия поперечного сечения. Стрелками указана поверхность обработки.

толщина изменяется в пределах от 15 мкм до 50–60 мкм. Структура зоны легирования весьма неоднородна по толщине. По морфологическому признаку в ней выделяются образования пластинчатой (иглообразной) формы и образования округлой (глобулярной) формы (рис. 12, б). Продольные размеры пластин изменяются в пределах 3–7 мкм, а поперечные — в пределах 0,2–0,3 мкм. Пластины группируются в пакеты, содержащие по 3–5 пластин. Размеры образований округлой формы изменяются в пределах 70–300 нм. Поверхностный слой толщиной 1–2 мкм представлен преимущественно образованиями сферической формы. Далее выделяется слой толщиной 5–7 мкм, имеющий преимущественно пластинчатую структуру. В слое толщиной 5–8 мкм, примыкающем к основному объему образца, формируется структура смешанного типа, содержащая образования пластинчатой и округлой формы. На границе раздела основного объема материала и выделенного нами поверхностного слоя наблюдается тонкий (толщиной 1–2 мкм) переходный слой, имеющий зеренное строение. Размеры зерен в нем изменяются в пределах 0,8–1,1 мкм. По границам зерен наблюдаются выделения второй фазы.

Просвечивающая электронная дифракционная микроскопия приповерхностного слоя позволила идентифицировать следующие фазы: γ -AlB₁₂, AlB₁₀, TiB₂, Ti₃B₄, TiB. Включения фазы γ -AlB₁₂ имеют округлую форму, их средние размеры составляют 100 нм (рис. 13). Включения фазы TiB₂ также имеют округлую форму, однако их размеры гораздо меньше и изменяются в пределах 10–25 нм (рис. 14). Включения фазы Ti₃B₄ имеют форму игл или пластин. Средние поперечные размеры игл составляют 20 нм, а продольные — 250 нм. Средние поперечные и продольные размеры пластин — 100 и

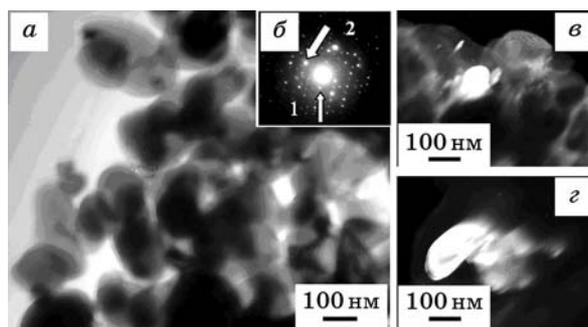


Рис. 13. Электронно-микроскопическое изображение частиц фазы $\gamma\text{-AlB}_{12}$: *a* — светлое поле; *б* — микроэлектроннограмма; *в*, *г* — темные поля, полученные в рефлексах [212] (1) и [302] (2) соответственно. Стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля.

300 нм соответственно (рис. 15). Включения фазы TiB имеют форму равноосных пластин, размеры которых изменяются в пределах от 100 до 300 нм (рис. 16). Весьма часто данные фазы, располагаясь островками друг относительно друга (рис. 17), образуют конгломераты. Зерна в переходном слое на границе с основой образованы α -титаном (рис. 18). Их размеры изменяются в пределах 0,8–1,1 мкм. В объеме зерен присутствует ячеистая неразориентированная структура, по границам ячеек наблюдаются выделения второй фазы состава AlB_{10} .

С учетом того, что с глубиной зоны легирования концентрация алюминия уменьшается, можно считать, что вблизи поверхности обработки преимущественно располагаются бориды алюминия, а в глубине — бориды титана. Следует отметить, что микроэлектронно-

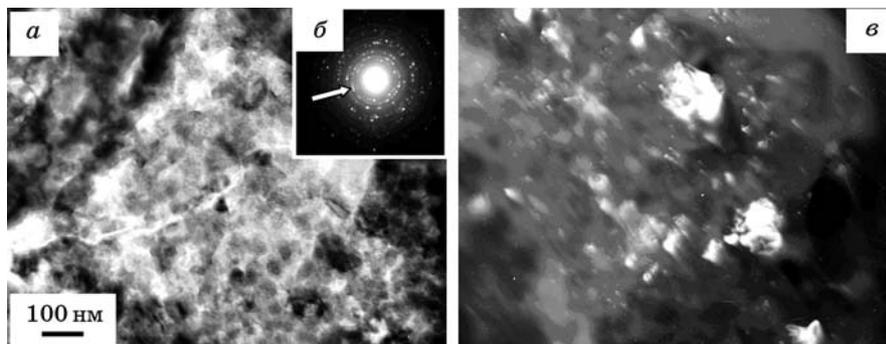


Рис. 14. Электронно-микроскопическое изображение частиц фазы TiB_2 : *a* — светлое поле; *б* — микроэлектроннограмма; *в* — темное поле, полученное в рефлексе [100]. Стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле.

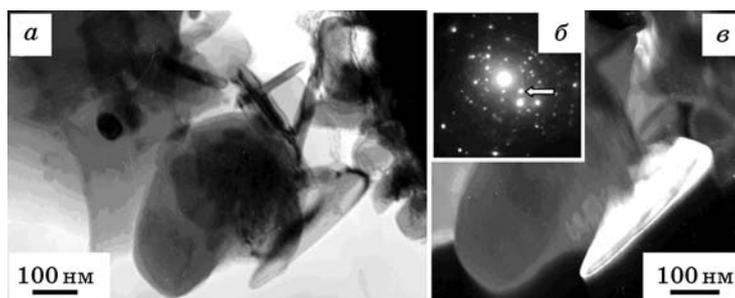


Рис. 15. Электронно-микроскопическое изображение частиц фазы Ti_3B_4 : *a* — светлое поле; *б* — микроэлектроннограмма; *в* — темное поле, полученное в рефлексе [110]. Стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле.

граммы, представленные на рисунках 13–17, имеют сложное строение. Это указывает на возможное наличие в зоне легирования фаз, неучтенных при индцировании микроэлектроннограмм. Среди таких фаз можно ожидать присутствие окислов, а также алюмооксиборидов, образующихся вследствие неконтролируемого взаимодействия расплава с остаточной атмосферой в технологической камере электровзрывной установки.

Анализ результатов просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг в промежуточном слое выявил многофазную структуру, состоящую из α -титана, β -титана, борида титана TiB и алюминидов бора AlB_{12} , и алюминидов титана Al_2Ti и Al_3Ti .

Внутризеренная структура α -титана представлена преимущественно ячейками кристаллизации (рис. 19). Размер ячеек изменяется в пределах от 80 до 150 нм. В объеме ячеек наблюдаются выделения пластинчатой формы (рис. 19, б). Индцирование микроэлектроннограммы, полученной с данных выделений, дает основание сказать,

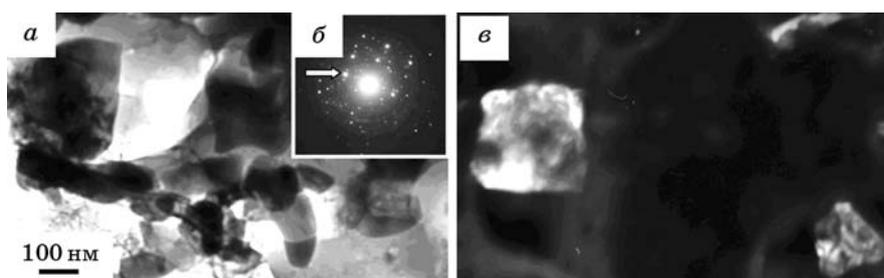


Рис. 16. Электронно-микроскопическое изображение частиц фазы TiB: *a* — светлое поле; *б* — микроэлектроннограмма; *в* — темное поле, полученное в рефлексе [011]. Стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле.

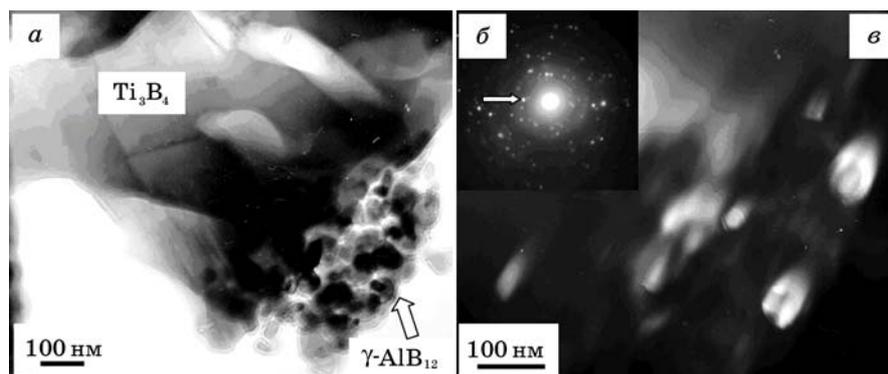


Рис. 17. Электронно-микроскопическое изображение частиц фазы $\gamma\text{-AlB}_{12}$ и Ti_3B_4 : *a* — светлое поле; *б* — микроэлектронграмма; *в* — темное поле, полученное в рефлексе $[013]\gamma\text{-AlB}_{12}$. Стрелкой на *б* указан рефлекс, в котором получено темное поле.

что они образованы алюминидом бора состава AlB_{12} (рис. 19, *в*). Области β -титана также имеют зёрненную структуру (рис. 20).

В объеме зерен присутствует ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура. Методом темного поля в зернах β -титана выявлены частицы борида титана состава TiB округлой формы (рис. 20, *в*). Их средние размеры изменяются в пределах от 10 до 50 нм. Следует отметить, что на микроэлектронграммах, полученных с зерен β -титана, присутствует высокосимметричная картина диффузного рассеяния, что может указывать на расслоение твердого раствора и предраспадные явления (рис. 20, *г*).

При исследовании фольги, полученной из пластинки, расположенной на глубине 35–40 мкм, установлено, что слой сформирован

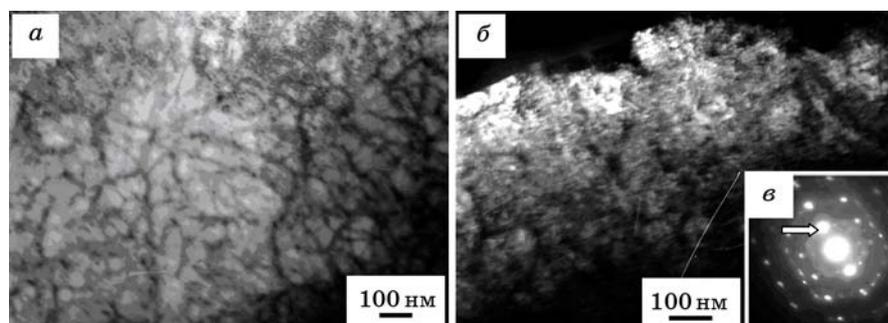


Рис. 18. Электронно-микроскопическое внутризёрненной структуры α -титана: *a* — светлое поле; *б* — темное поле, полученное в совпадающих рефлексах $[101]\alpha\text{-Ti}$ и $[202]\text{AlB}_{10}$; *в* — микроэлектронграмма. Стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле.

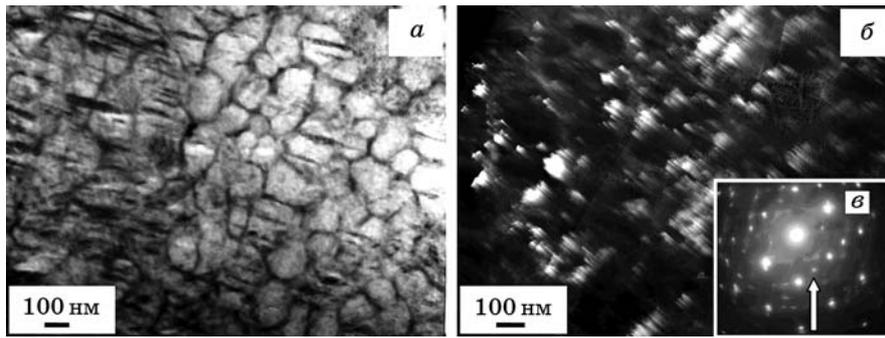


Рис. 19. Структура ячеистой кристаллизации α -титана после электровзрывного бороалитирования и последующей ЭПО. Слой, расположенный на глубине 15–20 мкм; *a* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в рефлексе $[335] AlV_{12}$; *в* — микроэлектроннограмма. Стрелкой указан рефлекс, в котором получено темнопольное изображение.

α -титаном, β -титаном и частицами алюминидов титана состава Al_3Ti . α -титан имеет структуру зёрненного (рис. 21, *a*) и пластинчатого (рис. 21, *б*) типа. Частицы Al_3Ti имеют округлую или пластинчатую форму (рис. 21, *б*) и расположены преимущественно в объеме пластин α -титана. Их размеры изменяются от 10 до 30 нм. На глубине 55–60 мкм от поверхности обработки морфология α -титана изменяется преимущественно на пластинчатую. Пластины сформированы в пачки, поперечные размеры пластин изменяются от десятков до сотен нанометров. Частицы алюминидов и боридов не выявляются.

Исследования структуры и фазового состава поверхностных сло-

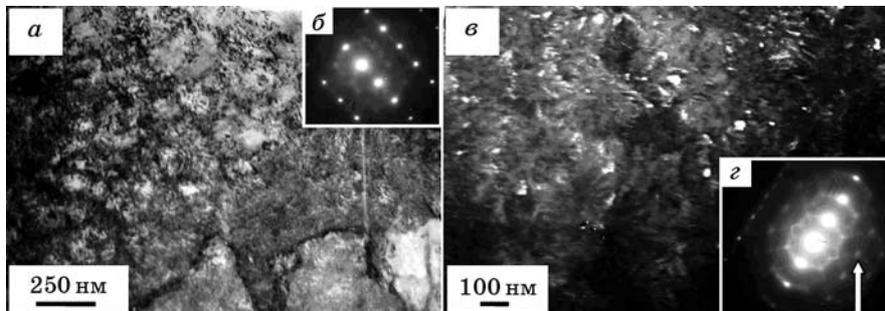


Рис. 20. Структура зерен β -титана, формирующаяся в сплаве ВТ1-0 после электровзрывного бороалитирования и последующего ЭПО. Слой, расположенный на глубине 15–20 мкм; *a* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в рефлексе $[020] TiV$; *в*, *г* — микроэлектроннограммы, полученные с *a* и *в* соответственно. Стрелкой на *г* указан рефлекс, в котором получено темнопольное изображение.

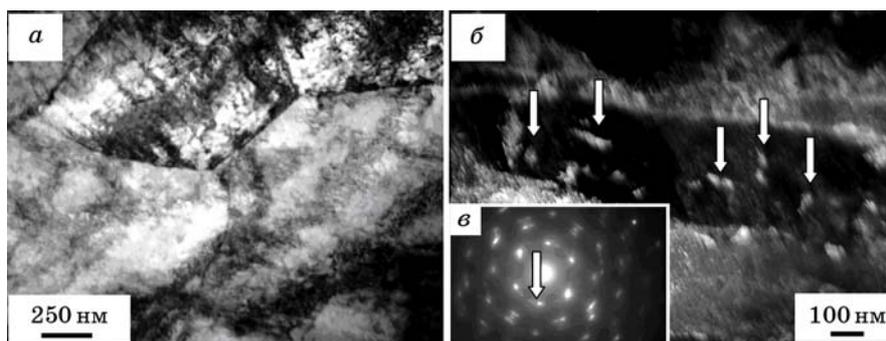


Рис. 21. Структура α -титана, формирующаяся в сплаве ВТ1-0 после электровзрывного бороалитирования и последующей электроннопучковой обработки. Слой, расположенный на глубине 35–40 мкм; *а* — светлопольное изображение; *б* — темное поле, полученное в совпадающих рефлексах $[10\bar{3}] \text{Al}_3\text{Ti} + [100] \alpha\text{-Ti}$; *в* — микроэлектроннограмма. Стрелками на *б* указаны частицы фазы Al_3Ti , на *в* — рефлекс, в котором получено темнопольное изображение.

ев образцов титана после комбинированной обработки позволяют выделить следующие факторы упрочнения, проявляющиеся в увеличении микротвердости: существенное измельчение структуры α -титана; выделение алюминидов титана и бора и боридов титана; легирование кристаллической решетки α -титана алюминием и бором и формирование твердого раствора.

Сопоставляя полученные результаты с данными, представленными в работах [1–25], можно отметить, что градиентное строение зоны бороалитирования титана после дополнительной ЭПО подобно строению зоны ЭВЛ. На поверхности формируется нанокompозитный слой, состоящий в основном из боридов алюминия и титана, а в глубине располагаются слои со структурой ячеистой и зёрненной кристаллизации. Вместе с тем, переходы от одного слоя к другому менее выражены, а граница зоны легирования с основой размыта. Несмотря на высокоинтенсивное воздействие на поверхность легирования, оказываемое при ЭПО, во всех слоях сохраняется наноразмерный и микрокристаллический характер структуры, что обусловлено импульсно-периодическим характером ЭПО.

Обращает на себя внимание то, что приповерхностный нанокompозитный слой, состоящий в основном из боридов алюминия и бора, имеет толщину многократно больше, чем после ЭВЛ. Это может указывать на то, что его толщина определяется границей оплавления при ЭПО. При ЭВЛ на поверхности зоны легирования формируется слой покрытия, образованный конденсированными частицами бора, алюминия и продуктами их взаимодействия друг с другом, оседающими из тыла струи. При последующей ЭПО поверхности,

вызывающей ее оплавление, этот слой покрытия и приповерхностный слой зоны ЭВЛ объединяются друг с другом. Формирование этого слоя при ЭПО поверхности электровзрывного алитирования также наблюдается, однако содержание интерметаллидов алюминия в нем невелико.

ВЫВОДЫ

Анализ полученных в настоящей работе результатов позволяет сделать следующие основные выводы.

1. На поверхности зоны электровзрывного алитирования и бороалитирования титана толщиной 10 мкм формируется неоднородное покрытие с высокоразвитым рельефом, образованное деформированными каплями продуктов взрыва алюминиевой фольги и порошковых частиц аморфного бора.

2. Электроннопучковая обработка в широком интервале изменения поверхностной плотности энергии и количества импульсов приводит к сглаживанию рельефа поверхности легирования, залечиванию микротрещин, перемешиванию покрытия с основой. По глубине зоны комбинированного воздействия формируются три слоя, закономерно связанные друг с другом: приповерхностный слой, граница которого определяется глубиной электроннопучковой обработки; промежуточный слой с измененным фазовым составом, вызванным электровзрывным легированием; слой термического влияния, в котором упрочнение достигается вследствие структурно-фазовых изменений основы сплава. Общая глубина зоны воздействия при алитировании оставляет 25 мкм, а при бороалитировании — 90 мкм.

3. Электроннопучковая обработка поверхности легирования сопровождается формированием многофазной, морфологически разнообразной, размерно неоднородной структуры. Объемная доля фаз, их размеры и элементный состав закономерным образом изменяются по мере удаления от поверхности обработки. В случае алитирования в приповерхностном слое выявлено присутствие α - и β -титана, алюминидов титана различного состава. В случае бороалитирования приповерхностный слой содержит бориды алюминия и титана различных размеров и формы. Бориды алюминия преимущественно располагаются вблизи поверхности обработки, а бориды титана — в глубине. Переходный слой сформирован α - и β -титаном, и содержит частицы алюминидов и боридов различного состава. Слой термического влияния сформирован преимущественно α -титаном зеренной и пластинчатой морфологии.

4. Электровзрывное алитирование и бороалитирование титана приводит к увеличению микротвердости поверхности обработки в 2,3 и 3,5 раза соответственно по отношению к исходному значению. По-

следующая электроннопучковая обработка в режиме, при котором $E_s = 30$ Дж/см², $N = 10$ имп., $\tau = 50$ мкс, $f = 0,3$ Гц, сохраняет величину микротвердости поверхности алитирования. Электроннопучковая обработка поверхности бороалитирования в режиме, при котором $E_s = 30$ Дж/см², $N = 5$ имп., $\tau = 50$ мкс, $f = 0,3$ Гц, приводит к дополнительному повышению микротвердости поверхности облучения в 1,6 раза. Распределение микротвердости по глубине носит монотонно падающий характер и отражает закономерное уменьшение степени легирования по глубине и соответствующее изменение фазового состава.

5. Основными причинами, вызвавшими увеличение микротвердости поверхностного слоя технически чистого титана, подвергнутого электровзрывному алитированию и последующей электроннопучковой обработки, являются формирование нано- и микрокристаллической многофазной структуры.

Исследования выполнялись при поддержке Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 гг. по гос. контракту № П332 и Аналитической ведомственно-целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» на 2009–2010 гг. по проекту 2.1.2/546.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. А. Я. Багаутдинов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов и др., *Физ. мезомеханика*, **8**, № 4: 89 (2005).
2. А. Я. Багаутдинов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов и др., *Изв. вузов. Физика*, **48**, № 9: 36 (2005).
3. А. Я. Багаутдинов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов и др., *Вопросы материаловедения*, № 3 (43): 32 (2005).
4. Е. А. Будовских, А. Я. Багаутдинов, Ю. Ф. Иванов и др., *Деформация и разрушение материалов*, № 11: 28 (2005).
5. А. Я. Багаутдинов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов и др., *Физика и химия обраб. материалов*, № 2: 143 (2006).
6. Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, А. Я. Багаутдинов и др., *Деформация и разрушение материалов*, № 3: 37 (2006).
7. О. А. Цвиркун, А. Я. Багаутдинов, Ю. Ф. Иванов и др., *Изв. вуз. Чер. металлургия*, № 6: 28 (2006).
8. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Физ. мезомеханика*, **9**, № 4: 49 (2006).
9. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, В. Е. Громов, *Изв. вуз. Чер. металлургия*, № 8: 55 (2006).
10. Е. А. Budovskikh, O. A. Tsvirkun, Yu. F. Ivanov, and V. E. Gromov, *Изв. вузов. Физика*, **49**, № 8, приложение: 367 (2006).
11. О. А. Цвиркун, Ю. Ф. Иванов, Е. А. Будовских, В. Е. Громов, *Физ. мезомеханика*, **9**, № 5: 91 (2006).
12. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Материало-*

- ведение*, № 11: 30 (2006).
13. О. А. Цвиркун, Ю. Ф. Иванов, Е. А. Будовских, В. Е. Громов, *Заготов. пр-ва в машиностроении*, № 11: 37 (2006).
 14. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Особенности структуры и свойств перспективных материалов* (Томск: НТЛ: 2006).
 15. О. А. Цвиркун, Ю. Ф. Иванов, Е. А. Будовских, В. Е. Громов, *Изв. вузов. Чер. металлургия*, № 2: 46 (2007).
 16. О. А. Цвиркун, А. Я. Багаутдинов, Ю. Ф. Иванов и др., *Изв вузов. Физика*, 50, № 3: 3 (2007).
 17. А. Я. Багаутдинов, О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских и др., *Металлург*, № 3: 52 (2007).
 18. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, А. Я. Багаутдинов и др., *Изв. вузов. Чер. металлургия*, № 6: 40 (2007).
 19. А. Я. Багаутдинов, Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Контроль. Диагностика. Ресурс: Сб. науч. тр.* (Кемерово: КеМГТУ: 2007), с. 155.
 20. Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, Гуои Танг, В. Е. Громов, *Изв. вузов. Чер. металлургия*, № 6: 46 (2008).
 21. Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Структура и свойства перспективных металлических материалов* (Томск: НТЛ: 2007).
 22. Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов, *Эволюция структуры и свойства металлических материалов* (Томск: НТЛ: 2007).
 23. Е. А. Будовских, П. В. Уваркин, В. Е. Громов, *Изв. вузов. Чер. металлургия*, № 3: 50 (2008).
 24. Е. А. Будовских, Ю. Ф. Иванов, А. Я. Багаутдинов и др., *Изв. вузов. Физика*, 51, № 5: 71 (2008).
 25. Е. А. Будовских, С. В. Карпий, В. Е. Громов, *Известия РАН. Серия физическая*, 73, № 9: 1324 (2009).
 26. В. В. Углов, В. М. Анищик, Н. Н. Черенда и др., *Физика и химия обраб. материалов*, № 6: 57 (2007).
 27. А. Д. Погребняк, Ю. Н. Тюрин, *Успехи физ. наук*, 175, № 5: 515 (2005).
 28. О. А. Цвиркун, Е. А. Будовских, В. В. Руднева и др., *Журнал функцион. материалов*, 1, № 3: 117 (2007).
 29. Ю. Ф. Иванов, Ю. А. Колубаева, А. Д. Тересов и др., *Упрочняющие технологии и покрытия*, № 2: 41 (2009).
 30. Ю. Ф. Иванов, С. В. Карпий, Н. Н. Коваль и др., *Деформация и разрушение материалов*, № 9: 39 (2009).
 31. Ю. Ф. Иванов, Ю. А. Колубаева, С. Ю. Филимонов и др., *Изв. вузов. Черная металлургия*, № 10: 42 (2009).
 32. Ю. Ф. Иванов, Н. Н. Коваль, С. Ю. Филимонов и др., *Изв. вузов. Физика*, 53, № 11/2: 161 (2009).
 33. Н. Н. Коваль, Ю. Ф. Иванов, *Изв. вуз. Физика*, 51, № 5: 60 (2008).
 34. К. С. Чернявский, *Стереология в металловедении* (Москва: Металлургия: 1977).