

УДК 669.71.017

## ЗАВИСИМОСТЬ МИКРОТВЕРДОСТИ ОТ СОДЕРЖАНИЯ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ В МОДИФИЦИРОВАННОМ СЛОЕ СПЛАВА Al – 11Si – 2Cu, ПОДВЕРГНУТОГО ЭЛЕКТРОННО-ПЛАЗМЕННОМУ ЛЕГИРОВАНИЮ\*

К.А. Бутакова<sup>1</sup>, К.А. Осинцев<sup>2</sup>, Д.В. Загуляев<sup>1</sup>, С.В. Коновалов<sup>2</sup>, В.Е. Громов<sup>1</sup>

*E-mail:* gromov@physics.sibsiu.ru

<sup>1</sup>Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия

<sup>2</sup>Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия

**Аннотация.** Выполнены исследования микротвердости, элементного и фазового состава сплава Al – 11Si – 2Cu, подвергнутого электронно-плазменному легированию, которое заключалось в электрическом взрыве проводника из титана с порошковой навеской Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и последующем высокоскоростном нагреве при помощи воздействия интенсивного импульсного электронного пучка. Установлено существенное увеличение микротвердости поверхностных слоев сплава. Характеризующая толщину модифицированного слоя глубина проникновения легирующих элементов составила приблизительно 170 мкм. Слой материала (5 мкм), наиболее близко примыкающий к поверхности модифицирования, характеризуется максимальной (155 ± 15,5 HV) микротвердостью. Интенсивное снижение микротвердости начинается с расстояния 110 мкм от поверхности и на расстоянии 170 мкм микротвердость достигает исходных значений 85,9 ± 8 HV. Сравнительный анализ изменений микротвердости с концентрацией легирующих элементов в поверхностном слое сплава показывает, что увеличение микротвердости явным образом связано с присутствием в модифицированном слое титана и иттрия.

**Ключевые слова:** сплав Al – 11Si – 2Cu, электронно-плазменное легирование, поверхность, микроструктура, микротвердость.

## DEPENDENCE OF MICROHARDNESS ON THE ALLOYING ELEMENTS CONTENT IN THE MODIFIED LAYER OF Al – 11Si – 2Cu ALLOY SUBJECTED TO ELECTRON-PLASMA ALLOYING

К.А. Butakova<sup>1</sup>, К.А. Osintsev<sup>2</sup>, D.V. Zagulyaev<sup>1</sup>, S.V. Konovalov<sup>2</sup>, V.E. Gromov<sup>1</sup>

*E-mail:* gromov@physics.sibsiu.ru

<sup>1</sup>Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russia

<sup>2</sup>Samara National Research University, Samara, Russia

**Abstract.** The study of microhardness, elemental and phase composition of the Al–11Si–2Cu alloy subjected to electron-plasma alloying was performed, which consisted of electric explosion of a Ti-conductor with a Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder sample and subsequent high-speed heating using an intense pulsed electron beam. A significant increase in the microhardness of the surface layers of the alloy is established. The penetration depth characterizing the thickness of the modified layer of alloying elements was ≈170 μm. The material layer closest to the modification surface (5 μm) is characterized by maximum microhardness (155 ± 15.5 HV). An intensive decrease in microhardness begins at a distance of 110 μm and at a distance of 170 μm, microhardness reaches the initial values of 85.9 ± 8 HV. A comparative analysis of the changes in microhardness with the concentration of alloying elements in the surface layer of the alloy shows that the increase in microhardness is clearly associated with the presence of titanium and yttrium in the modified layer.

**Keywords:** Al – 11Si – 2Cu alloy, electron-plasma alloying, surface, microstructure, microhardness.

\* Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-79-10059).

## **Введение**

Ввиду своей технологической и промышленной важности сплавы алюминия широко исследованы экспериментально и теоретически. Наибольшее распространение в промышленности получили литейные алюминиевые сплавы, а именно сплавы системы Al – Si – Cu. Эта система служит основой для большинства современных алюминиевых литейных сплавов, что связано с их высокими литейными свойствами, трещиностойкостью и хорошими технологическими показателями практически для всех типов литья. Однако низкая прочность сужает области использования этих сплавов в промышленности. В связи с этим существует ряд технологических способов повышения механических свойств сплавов системы Al – Si – Cu, например, порошковая металлургия [1], использование различных полей при кристаллизации [2], применение больших пластических деформаций [3].

В работах [4, 5] исследуются вопросы влияния термической обработки и добавления легирующих элементов на микроструктуру и механические свойства сплавов систем Al – Si – Cu и Al – Si – Mg. В результате исследований установлено, что введение легирующих элементов с одновременной термической обработкой приводит к растворению интерметаллидных фаз, равномерному распределению легирующих элементов в матрице и повышению прочностных характеристик сплавов.

В большинстве случаев нет необходимости в объемном упрочнении материала, а достаточно лишь модифицирования небольших (до 200 мкм) слоев, наиболее сильно подверженных различным нагрузкам. К модификации поверхностных слоев без изменения структуры и химического состава объема материала можно отнести плазменное напыление износостойких покрытий [6], электронное или лазерное облучение [7], а также совокупность этих методов [8].

В качестве одного из наиболее распространенных литейных алюминиевых сплавов, содержащего дополнительные легирующие элементы (медь, магний и никель), и применяющегося в автомобильной промышленности для изготовления поршней, является доэвтектический сплав Al – 11Si – 2Cu.

Перспективным материалом для поверхностной обработки является титан, поскольку его прочностные свойства многократно превышают прочность сплава Al – 11Si – 2Cu. Покрытия на основе титана изучаются достаточно активно. Установлено, что их нанесение на алюминиевую подложку приводит к многократному увеличению твердости последней [9, 10].

Цель настоящей работы состоит в исследовании изменений микротвердости сплава Al – 11Si – 2Cu,

подвергнутого электронно-плазменному легированию и их связь с распределением легирующих элементов.

## **Материалы и методы исследования**

В качестве материала исследований был использован литой сплав системы Al – 11Si – 2Cu.

Модифицирование поверхностного слоя осуществляли электронно-плазменным легированием. Процесс включал два этапа. Первый этап проводили путем взрыва [11] проводника из титана массой 58,9 мг за счет пропускания по нему электрического тока (напряжение разряда составляло 2,6 кВ) с добавлением в плазменную струю порошковой навески  $Y_2O_3$  массой 88,3 мг. Далее поверхность облучали низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками с энергией электронов 17 кэВ, длительностью импульса пучка электронов 150 мс, количеством импульсов 3, плотностью энергии пучка электронов  $35 \text{ Дж/см}^2$  [12].

Оптимальные параметры высокоэнергетических воздействий, которые приводят к формированию в модифицированном слое градиентных, многоэлементных состояний с уникальными свойствами, были установлены для каждого из типов энергетических воздействий в работах [11, 12].

Измерения микротвердости проводили с помощью микротвердомера HVS-1000 по методу восстановленного отпечатка с помощью четырехгранной пирамиды с квадратным основанием в соответствии с методикой, приведенной в международном стандарте ISO 6507-2:2005. Нагрузка составляла 0,5 Н, время приложения нагрузки и удержания составляло 10 с, а время снятия испытательной нагрузки 5 с.

Фазовый состав модифицированных слоев определяли методом рентгенофазового анализа (дифрактометр XRD-7000s, Shimadzu, Япония), дефектную структуру образцов анализировали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг (прибор JEM-2100F, JEOL).

Фольги для исследования структурно-фазового состояния материала методами просвечивающей электронной микроскопии готовили путем ионного утонения пластинок толщиной приблизительно 100 мкм, вырезанных электроискровым методом из образца. Вырезанные таким образом пластинки утоняли методом ионного травления (прибор IonSlicer EM-09100IS). Пробоподготовка исследования на приборе для IonSlicer заключается в изготовлении параллелепипеда размерами  $2,8 \times 0,5 \times 0,1$  мм, который затем закрывается с тонкого широкого конца специальной защитной лентой и утоняется пучком ионов аргона. Энергия пучка не превышает

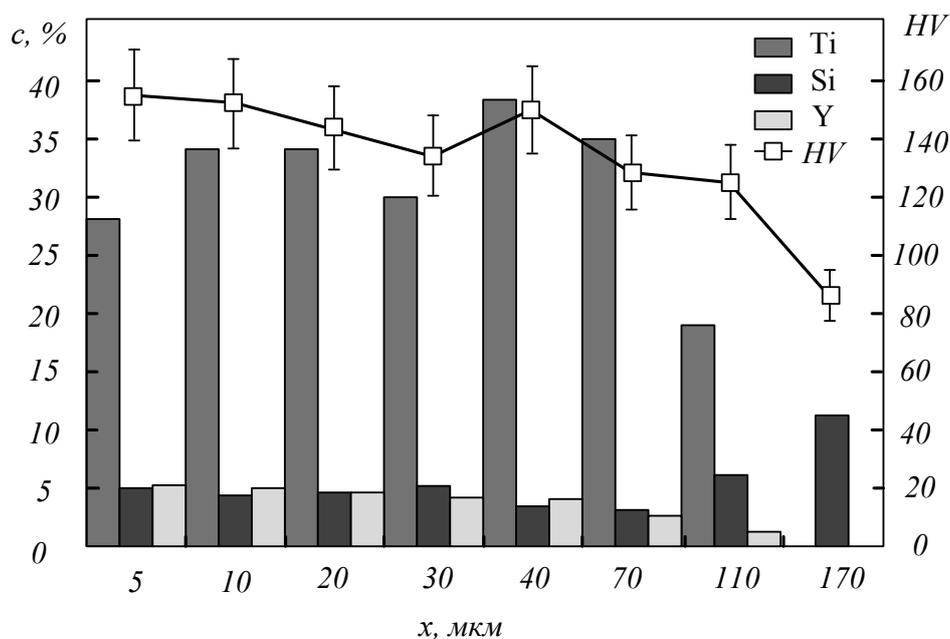


Рис. 1. Распределение основных легирующих элементов (c) и микротвердости (HV) слоев сплава Al – 11Si – 2Cu, расположенных на различных расстояниях x от поверхности, подвергнутой электронно-плазменному легированию

8 кВ, а угол падения можно варьировать в пределах от 0 – 6° по отношению к наибольшей грани образца.

#### **Основные результаты и их обсуждение**

Распределение основных легирующих элементов и распределение микротвердости в зависимости от расстояния до поверхности, подвергнутой электронно-плазменному напылению, приведено на рис. 1. Толщина легированного слоя составляет порядка 110 мкм. Самым распространенным легирующим элементом в модифицированном слое является титан, содержание которого варьируется в пределах от 19 % на расстоянии 110 мкм до 38,24 % на расстоянии 40 мкм. При удалении от поверхности модифицирования на расстояние более 110 мкм наблюдается отсутствие легирующих элементов плазменной струи (титан, иттрий). Содержание иттрия при увеличении расстояния от поверхности образца снижается монотонным образом и достигает нулевых значений на расстоянии 110 мкм. На расстоянии 5 – 70 мкм концентрация кремния составляет не более 5 %, однако дальнейшее увеличение расстояния показывает рост концентрации кремния до 11 %, характерной для химического состава литого сплава. Концентрация остальных легирующих элементов сплава изменяется незначительно и составляет от 1 до 5 %.

Микротвердость в зависимости от расстояния до поверхности модифицирования показывает, что максимальное значение ( $155 \pm 15,5$  HV) наблюдается в слое, расположенном наиболее

близко к поверхности (5 мкм). Удаление от поверхности модифицирования в глубь материала до 30 мкм приводит к монотонному снижению микротвердости. На расстоянии 40 мкм наблюдается незначительный ( $150 \pm 14,9$  HV) рост микротвердости с последующим снижением до значения  $85,9 \pm 8$  HV на расстоянии 170 мкм, характерного для литого сплава Al – 11Si – 2Cu.

Сопоставление зависимости изменения микротвердости от расстояния до модифицированной поверхности с содержанием легирующих элементов дает основание полагать, что увеличение микротвердости связано с присутствием в модифицированном слое титана и иттрия, поскольку на расстоянии 170 мкм, где отсутствуют указанные легирующие элементы, микротвердость становится равной микротвердости литого сплава.

Поскольку максимальная ( $155 \pm 15,5$  HV) микротвердость наблюдается в слое, расположенном на расстоянии 5 мкм, а интенсивное снижение микротвердости и концентрации легирующих элементов наблюдаются, начиная с расстояния 70 мкм, данные области сплава были выбраны для просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного микроанализа методом картирования.

На рис. 2 приведены результаты исследования распределения атомов титана, кремния и иттрия в слое, примыкающем к модифицированной поверхности. Отчетливо видно, что атомы этих элементов распределены в поверхностном слое неоднородно, формируя включения

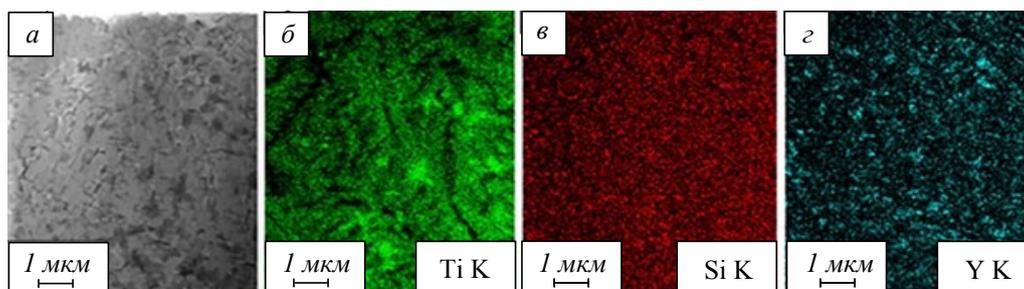


Рис. 2. Электронно-микроскопические (светлое поле) изображения структуры модифицированного слоя сплава Al – 11Si – 2Cu на участке, примыкающем к модифицированному слою:

*a* – изображение модифицированного слоя, примыкающего к подвергнутой электронно-плазменному легированию поверхности; *б* – *z* – изображения данного участка фольги, полученные в соответствующем характеристическом рентгеновском излучении

различной формы и размеров. Следует отметить, что структура подобного типа наблюдается в слое толщиной до 40 мкм.

На расстоянии 70 мкм от поверхности обработки (рис. 3) методом рентгеноструктурного микроанализа обнаруживается слой материала, состоящий из структуры ячеистой кристаллизации, обогащенной атомами алюминия и титана (рис. 3, *a*, *в*). Ячейки кристаллизации разделены прослойками второй фазы, обогащенной атомами иттрия (рис. 3, *z*). Кремний распределен по объему материала однородно (рис. 3, *в*).

### Выводы

Методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг проведены исследования элементного и фазового состава сплава Al – 11Si – 2Cu, модифицированного с помощью электронно-плазменного легирования, сочетающего электрический взрыв с порошковой навеской иттрия и последующий высокоскоростной нагрев при помощи воздействия интенсивного импульсного электронного пучка.

Установлено, что толщина модифицированного слоя, то есть слоя, в котором обнаруживается присутствие легирующих элементов (титана, иттрия), достигает примерно 110 мкм. Мо-

дифицированный слой характеризуется повышенной микротвердостью. Максимальная микротвердость наблюдается в слое, расположенном наиболее близко (5 мкм) к поверхности модифицирования и составляет  $155 \pm 15,5$  HV.

Сопоставление зависимости изменения микротвердости от расстояния до модифицированной поверхности с содержанием легирующих элементов дает основание полагать, что увеличение микротвердости связано с присутствием в модифицированном слое титана и иттрия, поскольку на расстоянии 170 мкм, где отсутствуют указанные легирующие элементы, микротвердость становится равной микротвердости литого сплава.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Whalen S., Olszta M., Roach C., Darsell J., Graff D., Reza-E-Rabby Md., Roosendaal T., Daye W., Pelletiers T. Mathaudhu S., Overman N. High ductility aluminum alloy made from powder by friction extrusion // *Materialia*. 2019. Vol. 6. No. art. 100260.
2. Li Y.J., Tao W.Z., Yang Y.S. Grain refinement of Al–Cu alloy in low voltage pulsed magnetic field // *Journal of Materials Processing Technology*. 2012. Vol. 212. P. 903 – 909.

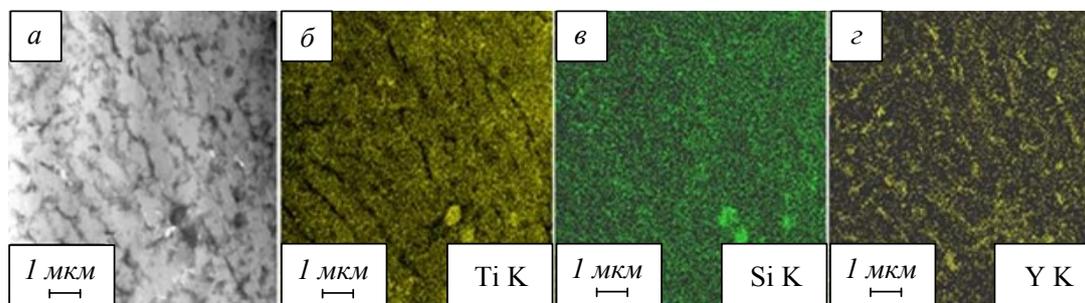


Рис. 3. Электронно-микроскопическое (светлое поле) изображение структуры модифицированного слоя сплава Al – 11Si – 2Cu на расстоянии 70 мкм от модифицированного слоя:

*a* – изображение участка фольги на расстоянии 70 мкм от поверхности, подвергнутой электронно-плазменному легированию; *б* – *z* – изображения данного участка фольги, полученные в соответствующем характеристическом рентгеновском излучении

3. Muhammad W., Kang J., Brahme Ab.P., Ali Us., Hirsch J., Brinkman H.-Ja., Engler Ol., Mishra R.K., Inal K. Bendability enhancement of an age-hardenable aluminum alloy: Part I – relationship between microstructure, plastic deformation and fracture // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 753. P. 179 – 191.
4. Beroual S., Boumerzoug Z., Paillard P., Borjon-Piron Y. Effects of heat treatment and addition of small amounts of Cu and Mg on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu and Al-Si-Mg cast alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 784. P. 1026 – 1035.
5. Di Giovanni M.T., Mørtzell E.A., Saito T. Influence of Cu addition on the heat treatment response of A356 foundry alloy // *Materials Today Communications*. 2019. Vol. 19. P. 342 – 348.
6. Wang Q., Rui X., Wang Q.-J., Bai Y., Du Z.-Z., Niu W.-J., Wang W., Wang K.-Sh., Gao Y. Bonding and wear behaviors of supersonic plasma sprayed Fe-based coatings on Al-Si alloy substrate // *Surface and Coatings Technology*. 2019. Vol. 367. P. 288 – 301.
7. Mahanty S. Surface modification of Al-Si alloy by excimer laser pulse processing // *Materials Chemistry and Physics*. 2016. Vol. 173. P. 192 – 199.
8. Viswanathan A., Sastikumar D., Kumar H., Nath A.K. Laser processed TiC–Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> composite layer formation on Al-Si alloy // *Optics and Lasers in Engineering*. 2012. Vol. 50. No. 9. P. 1321 – 1329.
9. Yang F., Qin Q., Shi T., Chen C., Guo Zh. Surface strengthening aluminum alloy by in-situ TiC–TiB<sub>2</sub> // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45. No. 4. P. 4243 – 4252.
10. Li Y., Zhang P., Bai P., Wu L., Liu B., Zhao Zh. Microstructure and properties of Ti/TiBCN coating on 7075 aluminum alloy by laser cladding // *Surface and Coatings Technology*. 2018. Vol. 334. P. 142 – 149.
11. Konovalov S.V., Komissarova I.A., Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Kosinov D.A. Structural and phase changes under electropulse treatment of fatigue-loaded titanium alloy VT1-0 // *Journal of Materials Research and Technology*. 2019. Vol. 8. No. 1. P. 1300 – 1307.
12. Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Konovalov S.V., Zagulyaev D.V., Petrikova E.A., Semin A.P. Modification of structure and surface Properties of hypoeutectic silumin by intense pulse electron Beams // *Progress in Physics of Metals*. 2018. Vol. 19. P. 195 – 222.

© 2020 г. *К.А. Бутакова, К.А. Осинцев, Д.В. Загуляев, С.В. Коновалов, В.Е. Громов*  
Поступила 3 февраля 2020 г.