

УДК 669.35:533.924

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ МЕДИ ПОД ДЕЙСТВИЕМ КОМПРЕССИОННОГО ПЛАЗМЕННОГО ПОТОКА

А.П. Ласковнев¹, Н.Н. Черенда², А.В. Басалай¹, В.В. Углов²,
В.М. Анищик², В.М. Асташинский³, А.М. Кузьмицкий³

¹Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск

²Белорусский государственный университет, Минск

³Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, Минск

MODIFICATION OF THE COPPER SURFACE LAYER BY THE COMPRESSION PLASMA FLOW

A.P. Laskovnev¹, N.N. Cherenda², A.V. Basalai¹, V.V. Uglov²,
V.M. Anischik², V.M. Astashynski³, A.M. Kuzmitski³

¹Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk

²Belarusian State University, Minsk

³A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk

Методами оптической микроскопии и рентгеноструктурного анализа исследована морфология поверхности и микроструктура меди М1, обработанной компрессионным плазменным потоком. Установлен характер изменения морфологии поверхности и микротвердости в зависимости от величины энергии, поглощаемой поверхностью образца (5–18 Дж/см²). Толщина модифицированного слоя достигает 36 мкм (при плотности поглощенной энергии 18 Дж/см²).

Ключевые слова: медь, компрессионный плазменный поток, морфология поверхности, микроструктура.

The surface morphology and microstructure of copper M1 treated by the compression plasma flow have been investigated by the methods of optical microscopy and X-ray structural analysis. The correlation between the structure, microhardness and the amount of energy absorbed by the sample surface (5–18 J/cm²) has been found. The thickness of the modified layer is about 36 μm (at the absorbed energy density – 18 J/cm²).

Keywords: copper, compression plasma flow, surface morphology, microstructure.

Введение

Медь и сплавы на ее основе широко используются в технике как конструкционные материалы. Однако, для работы в условиях повышенных температур, коррозии и износа медные сплавы обладают недостаточной стойкостью. Этим и объясняется поиск и разработка технологий формирования защитных слоев, повышающих сопротивление медных сплавов газовой и химической коррозии, эрозионному и кавитационному износу. Традиционно, с целью получения требуемых свойств поверхностных слоев материалов и изделий, применяются методы химико-термической обработки, обработка лазерным лучом, обработка ионными пучками и ряд других методов [1].

В настоящее время одним из активно развивающихся способов модификации поверхностного слоя материалов является обработка компрессионным плазменным потоком (КПП) [2]. Взаимодействие плазменного потока с поверхностью материала характеризуется протеканием процессов сверхбыстрого нагрева до температуры, превышающей температуру плавления, и охлаждения (до 10⁷ К/с), приводящих к изменению

структуры поверхностного слоя толщиной порядка нескольких десятков микрометров. В данной работе были проведены исследования морфологии поверхности, структуры и микротвердости образцов меди М1 в зависимости от энергии, передаваемой образцу компрессионным плазменным потоком. Исследование таких объектов связано с необходимостью получения токопроводящих материалов, работающих в агрессивных средах с целью направленной трансформации их структуры и комплекса физико-механических свойств.

1 Методика эксперимента

Объектом исследования были образцы меди М1 (степень деформации δ=65%), обработанные КПП, генерируемым в атмосфере азота. Исследуемые образцы представляли собой параллелепипеды с размерами торцевой поверхности 10×15 мм и толщиной 3 мм с полированной поверхностью. Обработку одним импульсом КПП осуществляли в газоразрядном магнитоплазменном компрессоре (МПК) компактной геометрии, в котором ускорение плазмы в аксиально-симметричной системе двух электродов сопровождается

ее сжатием за счет взаимодействия продольной составляющей тока с собственным азимутальным магнитным полем. Длительность разряда составляла ~ 100 мкс. Перед разрядом предварительно откачанная вакуумная камера МПК заполнялась рабочим газом (азотом) до давления 400 Па. Напряжение на конденсаторной батарее варьировалось в диапазоне 3,5–4,5 кВ. В камере образцы располагались на расстоянии 12 см от среза внутреннего электрода перпендикулярно набегающему потоку (схема расположения образцов в камере – рисунок 1.1). Согласно [3] значения плотности энергии, поглощаемой поверхностью образца, в зависимости от напряжения составляют 5–18 Дж/см² за импульс.

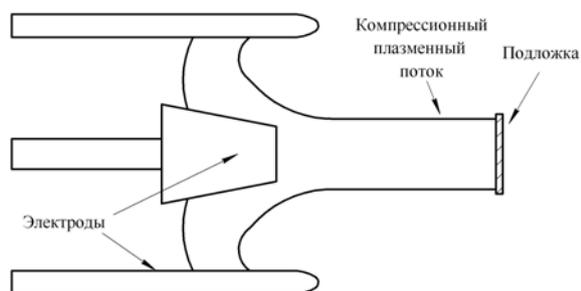


Рисунок 1.1 – Схема расположения образца в камере

Металлографические исследования проводились на оптическом микроскопе МИКРО – 200. Анализ микроструктуры производился как непосредственно на поверхности, подвергшейся воздействию КПП, так и на шлифах, поперечных к поверхности. Микротвердость образцов определялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке 1 Н. Рентгеноструктурный анализ образцов проводился с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН – 3 в излучении линии Cu K_α.

2 Экспериментальные результаты и их обсуждение

Воздействие КПП на полированную поверхность образцов меди приводит к изменению ее морфологии. Этот эффект наиболее выражен при увеличении энергии потока (рисунок 2.1).

При минимальном режиме, т. е. обработке КПП с плотностью энергии 5 Дж/см² (рисунок 2.1 а), визуально не заметно изменение состояния поверхности, следовательно, при данном режиме обработки образец был нагрет до температуры, не превышающей температуру плавления. При плотности энергии 10 Дж/см² наблюдается формирование локальных областей зеленого цвета (рисунок 2.1 б, стрелки 1, 2, 3), вероятно, связанных с окислением. При увеличении энергии воздействия плазменного потока такие области на поверхности меди не наблюдаются.

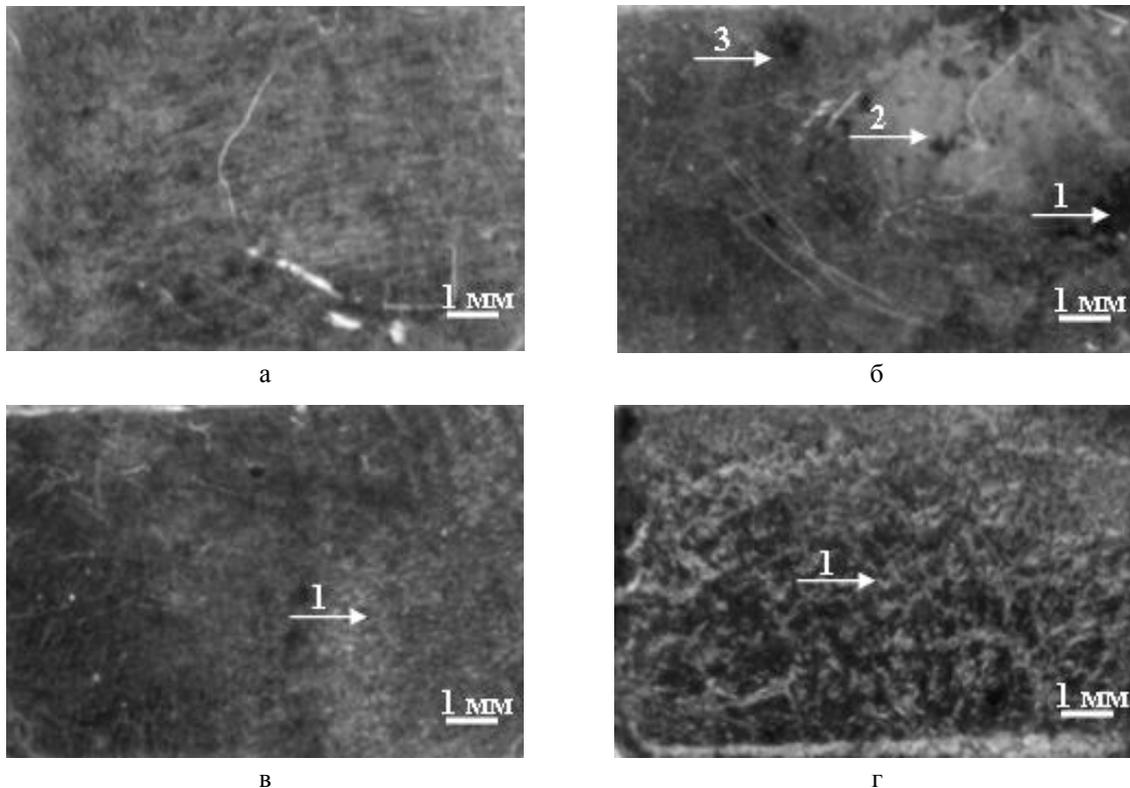


Рисунок 2.1 – Морфология поверхности образцов, обработанных КПП с плотностью поглощенной энергии: 5 Дж/см² (а), 10 Дж/см² (б); 14 Дж/см² (в); 18 Дж/см² (г)

На рисунке 2.2 представлены различные участки окисленной зоны поверхности образца (рисунок 2.1 б, стрелка 1), обработанного КПП при плотности энергии 10 Дж/см^2 . Как было показано ранее [4], воздействие КПП, генерируемого в атмосфере азота, на сталь приводит к проникновению в поверхностный слой атомов азота, кислорода и углерода из остаточной атмосферы вакуумной камеры. При одновременном присутствии азота и кислорода формирование оксидов металлов, как правило, термодинамически более выгодно, что и приводит к формированию в данном случае оксида меди. В работе [5] показано, что увеличение энергии, поглощенной поверхностью, приводит к уменьшению концентрации атомов, диффундирующих из остаточной атмосферы, что связывалось с экранирующим действием ударно-сжатого слоя, формирующегося у поверхности мишени при плазменном воздействии. Этот эффект позволяет объяснить отсутствие локальных окисленных областей при обработке с плотностью энергии большей 10 Дж/см^2 .

Как показано на рисунке 2.1 в, г, при плотности энергии $14\text{--}18 \text{ Дж/см}^2$ на поверхности наблюдается формирование волнообразного рельефа, обусловленного нагревом поверхностного слоя выше температуры плавления, возникновением гидродинамических неустойчивостей на межфазной поверхности, приводящим к конвективному движению расплава и генерации

колебаний расплава, а также минимизации поверхностной энергии на стадии быстрой кристаллизации [4]. Волнообразные структуры ориентированы по направлению движения плазмы (рисунок 2.1 г) в результате растекания расплава к краям образца под давлением плазменного потока, огибающего образец.

Использование прицельной металлографии позволяет фиксировать трансформацию одних и тех же участков поверхности после воздействия. На рисунке 2.3 представлены участки поверхности образцов до и после обработки КПП с плотностью энергии 14 и 18 Дж/см^2 (на рисунке 2.1 в, г, эти участки указывает стрелка 1). При обработке образца с плотностью энергии 14 Дж/см^2 еще наблюдаются участки с сохранившейся исходной поверхностью (рисунок 2.3 б), а при энергии 18 Дж/см^2 такие участки отсутствуют, поверхность полностью трансформировалась (рисунок 2.3 г). Увеличение энергии, поглощаемой поверхностью образца, приводит к увеличению времени существования расплава, что должно приводить к формированию расплавленного поверхностного слоя большей толщины [2].

На рисунке 2.4 представлена микроструктура поперечного шлифа исходного образца (рисунок 2.4 а) и образцов, подвергнутых обработке КПП (рисунок 2.4 б, в, г).

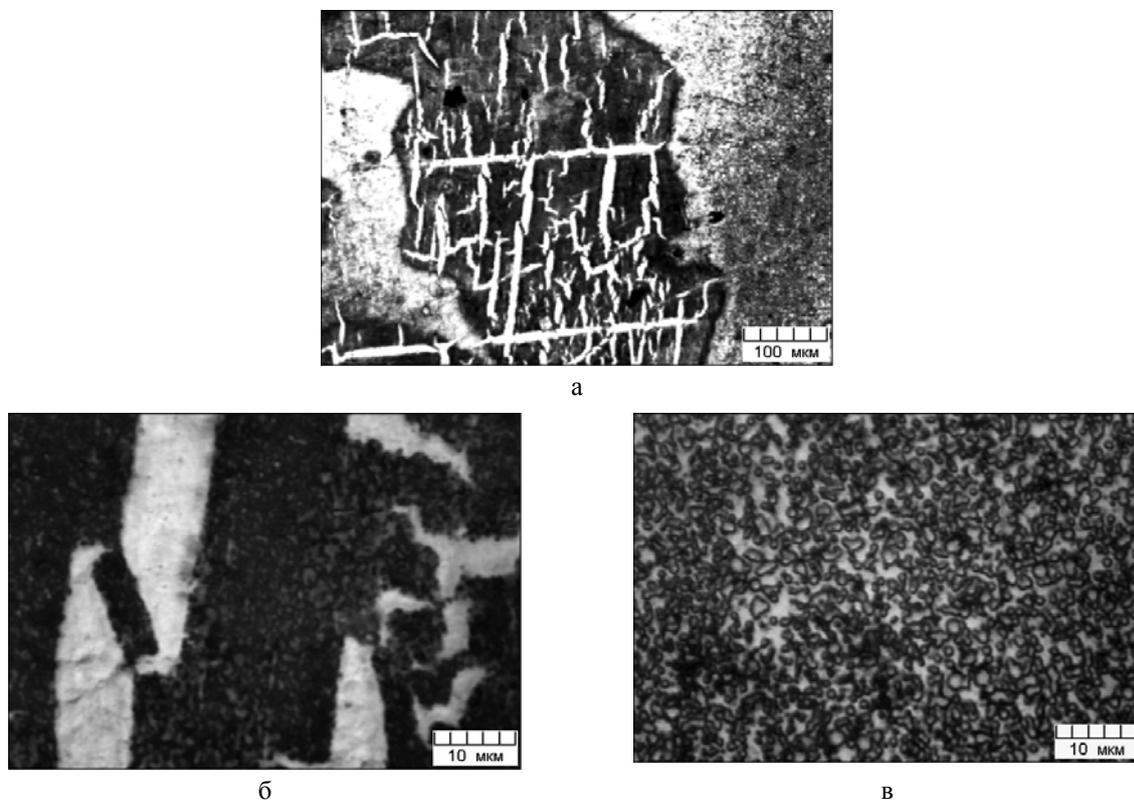


Рисунок 2.2 – Микроструктура поверхности образца, обработанного КПП с плотностью поглощенной энергии 10 Дж/см^2

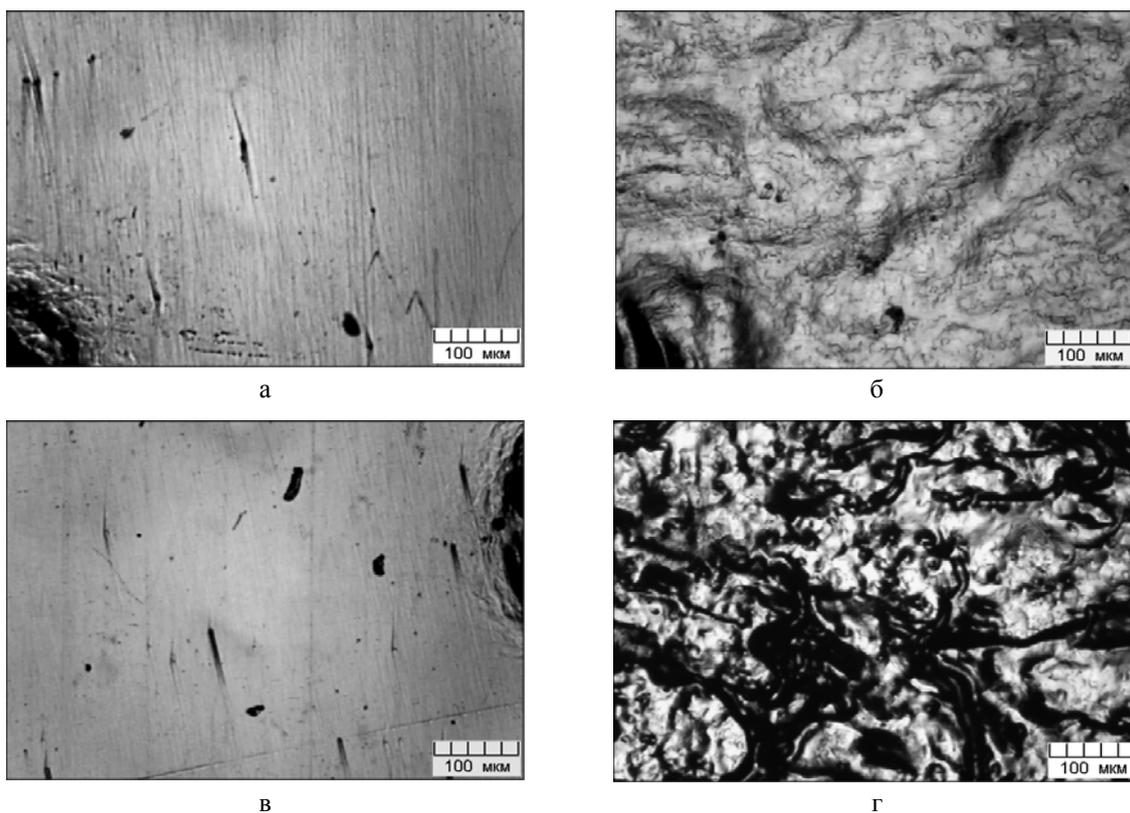


Рисунок 2.3 – Морфология поверхности образцов до обработки (а, в) и обработанных КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см² (б) и 18 Дж/см² (г)

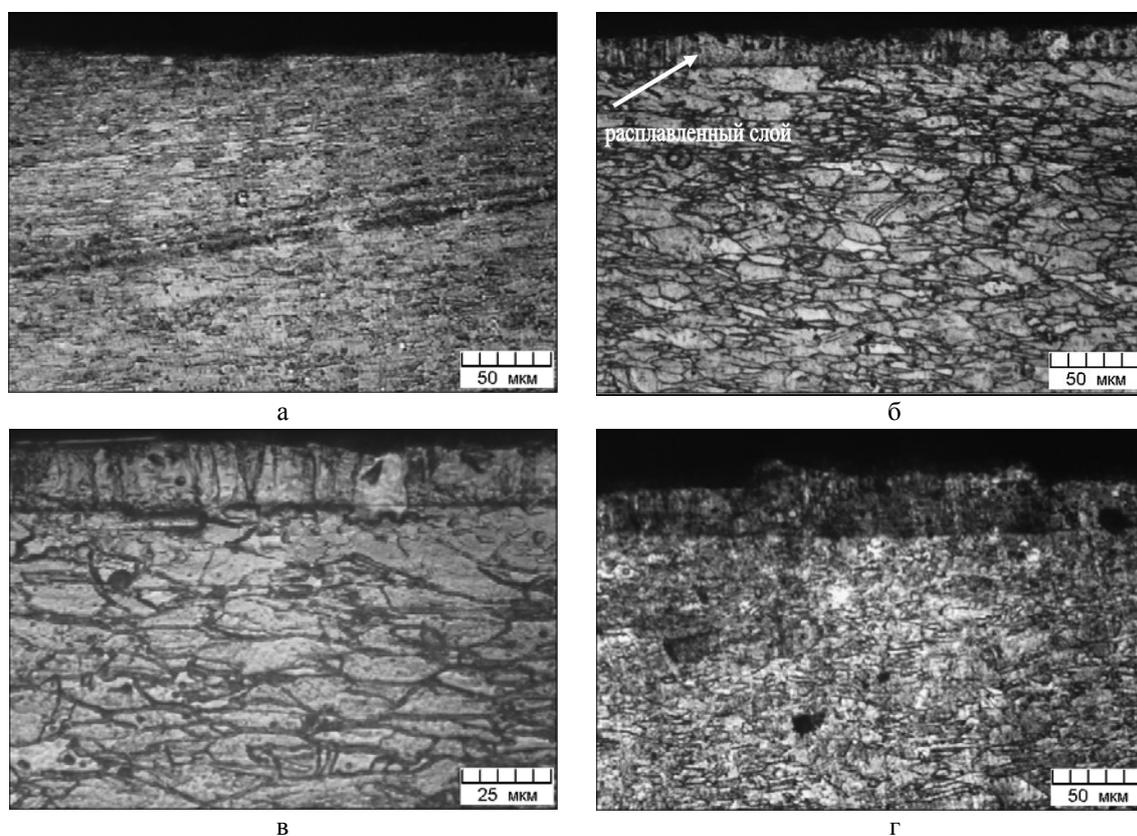


Рисунок 2.4 – Микроструктура поперечных шлифов исследуемых образцов: исходного (а), обработанных КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см² (б, в) и 18 Дж/см² (г)

На приведенных микрофотографиях видно, что в результате обработки КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см² и 18 Дж/см² происходит плавление поверхностного слоя исследуемого материала, толщина модифицированного слоя увеличивается с повышением плотности энергии, поглощенной поверхностью образца, и составляет 16–19 мкм при 14 Дж/см² и 28–36 мкм при 18 Дж/см². При кристаллизации расплава происходит формирование столбчатых зерен, ориентированных перпендикулярно поверхности. В работе [2] описан механизм формирования микроstructures армко-железа при воздействии компрессионного плазменного потока. В процессе воздействия КПП происходит плавление поверхностного слоя за счет термализации кинетической энергии плазменного потока при его торможении на мишени, после чего начинается быстрое охлаждение расплава за счет теплоотвода в объем образца. По мере возрастания степени переохлаждения на границе жидкость – твердое тело начинают образовываться зародыши кристаллизации. Образовавшиеся кристаллы приобретают столбчатую форму, так как частота зарождения новых зерен в расплаве, в условиях большого переохлаждения, перед движущимся фронтом кристаллизации, как правило, недостаточна для торможения роста первоначальных кристаллов. Таким образом, в связи с особенностями процессов кристаллизации в условиях сверхбыстрой закалки наблюдается рост кристаллов в направлении, обратном направлению теплоотвода, т. е. перпендикулярно поверхности.

Таблица 2.1 – Полусные плотности исходного образца меди

Дифракционные линии	Полусная плотность (P_{hkl}) исходного образца
111	0,16
200	0,36
220	2,42
311	1,05

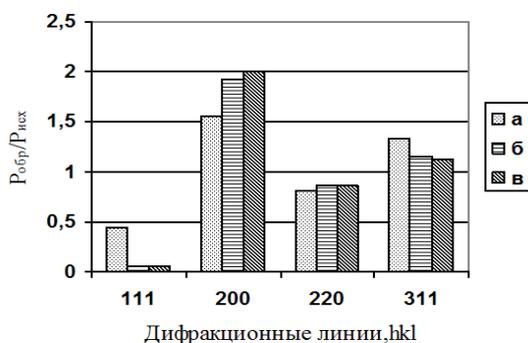


Рисунок 2.5 – Отношение полусных плотностей образцов, подвергнутых воздействию КПП, к полусной плотности исходного образца (плотность энергии при обработке: 10 Дж/см² (а), 14 Дж/см² (б), 18 Дж/см² (в))

Так как исходные образцы были деформированы, по данным рентгеноструктурного анализа, они имеют одинаковую ярко выраженную текстуру типа (110) (таблица 2.1). Для установления характера изменения текстуры образцов, подвергнутых воздействию КПП, было найдено отношение полусных плотностей обработанных образцов к полусной плотности исходного образца соответствующих дифракционных линий (рисунок 2.5). Проведенные исследования показали, что при сохранении преимущественной текстуры (110), происходит увеличение полусной плотности линии (200) с ростом плотности поглощенной энергии.

Известно, что в условиях большого термического и концентрационного переохлаждения, например при лазерном воздействии, возможно формирование ячеисто-дендритной структуры при кристаллизации из расплава [6]–[8]. В металлах с гцк кристаллической структурой рост дендритов, как правило, происходит в направлении $\langle 100 \rangle$, которое совпадает или близко ориентировано к направлению теплоотвода [6], [7]. Это вызвано термодинамическим условием, при котором выступающие в расплаве элементы поверхности кристаллитов должны иметь максимальную скорость роста [6]. Такое условие реализуется в гцк металлах, если ось дендрита совпадает с направлением ребра куба, являющегося осью пирамиды, образованной четырьмя плотно упакованными плоскостями $\{111\}$, то есть с направлением типа $\langle 100 \rangle$ [6], [7]. Следует отметить, что эти рассуждения не являются универсальными. В работе [8] отмечается, что в фольгах алюминия, полученных сверхбыстрым охлаждением (до 10⁴ К/с), наблюдается рост столбчатых кристаллов в других направлениях.

В условиях проведенных экспериментов преимущественным направлением роста столбчатых кристаллов остается направление $\langle 110 \rangle$, соответствующее оси текстуры исходного образца. Поскольку глубина анализа рентгеновскими лучами в меди не превышает ~ 15 мкм, то уже при плотности поглощенной энергии более 14 Дж/см² данные рентгеноструктурного анализа характеризуют только перекристаллизованный слой. Можно предположить, что ориентация зерен на границе расплав – твердое тело оказывает существенное влияние на ориентацию кристаллизующихся зерен в процессе движения фронта кристаллизации из объема к поверхности. Данное предположение подтверждают проведенные исследования микроstructures поперечного шлифа образца меди М1 с меньшей степенью деформации (35%), подвергнутого воздействию КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см² (рисунок 2.6). Как видно из рисунка, поверхностный слой, кристаллизовавшийся из расплава, и нижележащий слой имеют общие зерна. При этом часть зерна, которая находится в

перекристаллизованном слое, растет перпендикулярно поверхности.



Рисунок 2.6 – Микроструктура поперечного шлифа образца меди М1 (степень деформации 35%), обработанного КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см²

Воздействие КПП на поверхность меди приводит к изменению ее свойств. На рисунке 2.7 представлены результаты измерения микротвердости поверхности до и после обработки КПП. Видно, что при увеличении энергии, поглощаемой поверхностью образца до значений, при которых происходит плавление поверхности (14–18 Дж/см²), среднее значение микротвердости незначительно снижается. Это может быть связано со снятием остаточных напряжений в результате перекристаллизации поверхностного слоя, так как исходный образец являлся деформационно упрочненным.



Рисунок 2.7 – Средние значения микротвердости на поверхности исходного образца и поверхности, обработанной плазмой с плотностью энергии 5–18 Дж/см², при нагрузке 1 Н

Заключение

Установлено, что обработка компрессионным плазменным потоком в диапазоне плотности энергии (5–18 Дж/см²), поглощенной поверхностью образца, деформированных образцов меди приводит к изменению морфологии поверхности и структуры поверхностного слоя. Плавление поверхностного слоя, сопровождающееся формированием характерного рельефа поверхности в виде волнообразных структур, наблюдается при

обработке КПП с плотностью поглощенной энергии 14 Дж/см² и выше. Увеличение энергии, поглощаемой поверхностью образца, приводит к формированию расплавленного поверхностного слоя большей толщины. Структура этого слоя после кристаллизации характеризуется присутствием столбчатых кристаллов, ориентированных перпендикулярно поверхности, в направлении теплоотвода. Основное направление их роста <110> совпадает с направлением оси текстуры исходного образца. С увеличением плотности поглощенной энергии происходит увеличение полюсной плотности линии (200) в ~ 2 раза. При обработке КПП с плотностью энергии 14–18 Дж/см² наблюдается незначительное снижение микротвердости, связываемое со снятием напряжений в результате перекристаллизации поверхностного слоя.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Corrosion behavior of laser-alloyed copper with titanium fabricated by high power diode laser* / P.K. Wong [et al.] // *Corrosion Science*. – 2012. – № 57. – P. 228–240.
2. *Изменение микроструктуры и механических свойств железа в результате воздействия компрессионного плазменного потока* / В.В. Углов [и др.] // *Физика и химия обработки материалов*. – 2004. – № 4. – С. 37–42.
3. *Особенности структурно-фазовой модификации твердых сплавов и сталей при воздействии на них компрессионных плазменных потоков* / В.В. Аскерко [и др.] // *Взаимодействие излучений с твердым телом: материалы VI международной конференции, Минск, 28–30 сентября 2005 г.* / БГУ; редкол.: В.М. Анищик [и др.]. – Минск, 2005. – С. 161–163.
4. *Структурно-фазовое состояние системы титан-сталь, облученной компрессионным плазменным потоком азота* / В.В. Углов [и др.] // *Физика и химия обработки материалов*. – 2005. – № 2. – С. 36–41.
5. *Азотирование поверхностного слоя стали и титана компрессионными плазменными потоками* / Н.Н. Черенда [и др.] // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. – 2012. – № 4. – С. 35–42.
6. *Физическое металловедение: в 3 т.* / под ред.: Р. Кана – М.: Мир, 1968. – Т.2: Фазовые превращения. Металлография. – 490 с.
7. *Вайнгард, У.* Введение в физику кристаллизации металлов / У. Вайнгард. – М.: Мир, 1967. – 170 с.
8. *Калиниченко, А.С.* Управляемое направленное затвердевание и лазерная обработка: теория и практика / А.С. Калиниченко, Г.В. Бергман. – Минск : Технопринт, 2001. – 367 с.

Поступила в редакцию 20.05.13.