

Модификация поверхности керамики импульсным электронным пучком, генерируемым форвакуумным плазменным источником

В. А. Бурдовицин, Е. М. Окс, Е. В. Скробов, Ю. Г. Юшков

Представлены результаты экспериментов по облучению непроводящей алюмооксидной керамики импульсным электронным пучком в форвакууме. Измерена толщина переплавленного слоя в зависимости от параметров пучка и числа импульсов. Установлено сглаживание поверхности и возрастание твердости приповерхностного слоя в результате обработки электронным пучком. Проведены расчеты температурного поля в обрабатываемом материале на основе решения одномерного нестационарного уравнения теплопроводности с учетом возможности фазовых переходов. Результаты позволили оценить толщину переплавленной области как функцию числа импульсов при заданной плотности энергии в импульсе. Расчетные кривые удовлетворительно совпадают с экспериментальными зависимостями, что открывает возможность прогнозирования толщины модифицированной области.

Ключевые слова: импульсный электронный пучок, форвакуум, обработка керамики, расчет глубины плавления.

Results of experiments on pulse electron beam processing of non-conducting aluminum oxide ceramics in fore-vacuum are presented. The thickness of the melted layer as function of beam parameters and number of pulses is measured. Surface smoothing and hardness increase of subsurface layer as a result of electron beam processing is established. Calculations of a temperature field in a processed material are carried out on the basis of one-dimensional non-stationary heat conductivity equation. Calculations are carried out taking into account possibility of phase transitions. Results have allowed estimating a thickness of the melted area as function of pulses number at the set energy density in a pulse. Settlement curves well coincide with experimental dependences that opens possibility of forecasting of the modified area thickness.

Keywords: pulse electron beam, fore-vacuum, ceramic processing, melting depth calculation.

Введение

Импульсная электронно-лучевая модификация материалов относится к процессам воздействия концентрированными потоками энергии и состоит в быстром нагреве и последующем охлаждении тонкого поверхностного слоя [1]. Несмотря на то, что толщина оплавленного поверхностного слоя не превышает нескольких микрон, реальная протяженность модифицированного слоя оказывается существенно выше. Именно благодаря этой замечательной особенности при обработке металлов импульсным электронным пучком удается достичь существенного улучшения твердости и коррозион-

ной стойкости поверхности [2, 3]. До последнего времени номенклатура материалов, подвергающихся импульсной электронно-лучевой обработке, ограничивалась металлами, сплавами и другими материалами с заметной проводимостью. Расширение области промышленного применения непроводящих материалов, прежде всего высокотемпературных керамик, обусловило необходимость качественного улучшения их поверхностных свойств. Использование импульсных электронных пучков представляется одним из наиболее привлекательных методов решения этих задач.

В литературе приводятся сведения об успешном применении импульсных ионных [4] и электронных

[5, 6] пучков для модификации поверхности керамики. Однако, вопросам зарядки непроводящей поверхности пучками ускоренных заряженных частиц посвящено весьма ограниченное число публикаций [7]. В то же время, как показали эксперименты по облучению электронами изолированной мишени [8], ее потенциал, а следовательно и энергия электронов, достигающих мишени, определяется как параметрами пучка, так и давлением газа в рабочей камере. При давлениях ниже 1 Па, потенциал мишени достигает величин сравнимых с ускоряющим напряжением. Аналогичные результаты получены в прямых измерениях потенциала диэлектрической мишени [7]. Отмеченное обстоятельство не может не сказаться на эффективности взаимодействия электронного пучка с обрабатываемой поверхностью. В частности, это требует учета влияния накопленного заряда как на формирование структуры облучаемого материала, так и на энергию частиц, достигающих его поверхности.

Существенного уменьшения абсолютной величины потенциала непроводящей мишени удастся достичь применением для генерации электронного пучка так называемых форвакуумных плазменных источников электронов [9], способных эффективно функционировать в ранее недоступной для электронных источников форвакуумной области давлений (5 – 15 Па). В условиях повышенного давления газа компенсация зарядки электронным пучком изолированной мишени обеспечивается ионами, генерируемыми в области транспортировки пучка [8].

Достигнутый для импульсных форвакуумных источников уровень плотности энергии электронов в импульсе порядка 10 Дж/см² [10] оказывается вполне достаточным для поверхностной модификации. Поскольку в форвакуумном диапазоне давлений при облучении непроводящей мишени импульсными электронными пучками установившийся плавающий потенциал мишени не превышает десятой доли от ускоряющего напряжения [11], то это открывает возможность непосредственной импульсной обработки керамических материалов электронным пучком с фиксированной энергией.

Цель настоящей работы — исследований особенностей процессов при модификации керамической поверхности импульсным электронным пучком, генерируемым форвакуумным плазменным источником.

Техника и методика эксперимента

Эксперимент проводили с использованием плазменного источника электронов на основе разряда с

полым катодом, созданного для работы в форвакуумной области давлений. Схема электронного источника и его характеристики подробно описаны в [10]. Электронный источник обеспечивал генерацию цилиндрического пучка с эмиссионной поверхности диаметром 5 см. Для экспериментов фокусировка обеспечивала плотность тока пучка 20 А/см², длительность импульсов $\tau = 35$ мкс при частоте следования $f = 1$ Гц. Напряжение U_a на ускоряющем промежутке источника поддерживали постоянным равным 15 кВ. Плотность энергии пучка в импульсе таким образом достигала 10 Дж/см². Давление остаточного газа (воздуха) составляло 8 – 10 Па. Как показали эксперименты, при таких параметрах электронного пучка и величине остаточного давления установившийся за время импульса плавающий потенциал изолированной мишени хотя и оставался отрицательным, но по своей абсолютной величине не превышал 1,5 – 2,0 кВ (10 – 15% от величины ускоряющего напряжения). Это стало основой для оценки энергии ускоренных электронов, достигающих керамической мишени. Очевидно, что вторичная эмиссия электронов с поверхности керамики может оказать существенное влияние на установившийся потенциал мишени, а, следовательно, и на реальную величину энергии электронов на мишени. Обратим внимание на неопределенность коэффициента вторичной электронной эмиссии и зависимость ее от многих факторов, в том числе и от состояния поверхности керамики (полагая также и ее изменения в процессе воздействия электронного пучка). Однако, принимая во внимание тот факт, что в форвакуумной области давлений компенсация заряда электронов на мишени осуществляется ионами из пучковой плазмы, можно предположить, что любое изменение потенциала керамической мишени, вызванное вторичной электронной эмиссией, компенсируется соответствующим изменением ионного потока на мишень.

Несмотря на некоторое торможение электронов пучка, достигающего изолированного коллектора, как показали калориметрические измерения, вносимая энергия практически не изменяется при переходе от заземленной к изолированной мишени. Это обстоятельство находит объяснение в рамках представлений о механизме компенсации зарядки мишени ионами вторичной плазмы, образующейся при столь высоких давлениях в области транспортировки электронного пучка [11]. Плазма отделена от облучаемого диэлектрического объекта слоем, падение потенциала на котором равно потенциалу поверхности изолированного объекта. Как отмечалось выше, этот отрицательный потенциал может достигать 15 – 20 % от напряжения, ускоряющего электроны пучка, то есть

1,5 – 2 кВ. Ионный поток из плазмы на мишень ускоряется в этом слое и, наряду с компенсацией заряда электронного пучка, вносит в мишень дополнительную энергию. Очевидно, что в условиях установившегося потенциала на облучаемой поверхности ток ионов в сумме с током вторичной электронной эмиссии равен току электронного пучка. В предположении о доминирующей роли ионной компенсации зарядки мишени это означает, что энергия, вносимая в облучаемый объект ионами, может составлять заметную долю от энергии электронного пучка. По-видимому, именно ионы и обеспечивают энергетическую добавку, компенсирующую потери энергии электронного пучка вследствие появления отрицательного потенциала на обрабатываемом диэлектрическом объекте. Приведенные соображения могут рассматриваться как дополнительный аргумент в пользу эффективности электронного облучения диэлектрических материалов в диапазоне давлений 5 – 15 Па.

В качестве тестируемого объекта была выбрана пластина толщиной 1 мм из керамики ВК95 на основе оксида алюминия. При этом количество импульсов, воздействующих на керамику, варьировали от 50 до 500. Морфологию поверхности изучали с помощью трехмерного бесконтактного профилометра Micro Measure 3D Station. Твердость измеряли микротвердомером Виккерса ZHV1-M. Сканирующий электронный микроскоп Hitachi TM1000, а также оптические микроскопы МБС-10 и JJ-Optics Digital Lab были использованы для определения толщины модифицированного слоя.

Результаты измерений толщины и свойств модифицированного слоя

Как показали эксперименты, обработка керамических пластин в режиме одиночных импульсов с плотностью энергии выше 10 Дж/см^2 из-за возникающих напряжений часто приводила к растрескиванию и даже разрушению пластин. В связи с этим был выбран режим многократного облучения с меньшей плотностью энергии в пучке и периодом повторения 1 с. Результатом такого облучения стало образование в приповерхностной области слоя со структурой отличной от структуры исходного материала (рис. 1). Толщина этого слоя возрастала с увеличением числа импульсов (рис. 2). Поверхность керамики заметно сглаживалась (рис. 3), что может указывать на преимущественное оплавление острых пиков. Еще один результат состоит в повышении твердости приповерхностного слоя (рис. 4). Этот результат не относится к категории неожиданных,

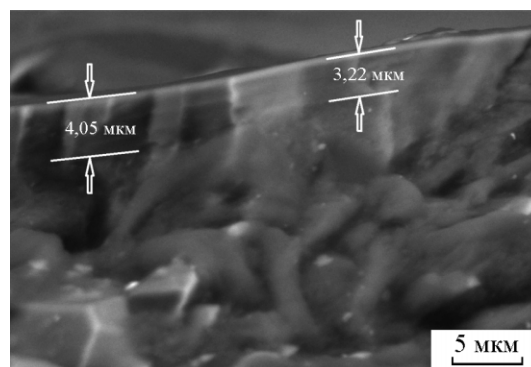


Рис. 1. Поперечный срез керамики, обработанной электронным пучком. Плотность энергии в импульсе 10 Дж/см^2 , количество импульсов 300.

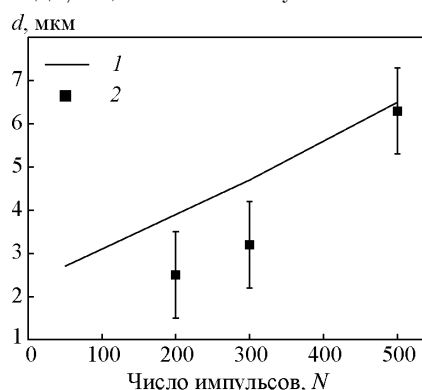


Рис. 2. Толщина переплавленного слоя керамики как функция числа импульсов: 1 – расчет, 2 – эксперимент. Плотность энергии в импульсе 10 Дж/см^2 .

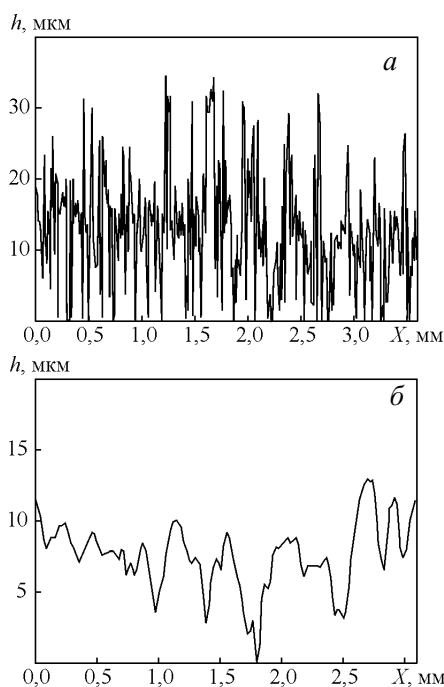


Рис. 3. Профилограммы поверхности керамики до (а) и после (б) облучения. Плотность энергии в импульсе 10 Дж/см^2 , число импульсов 100.

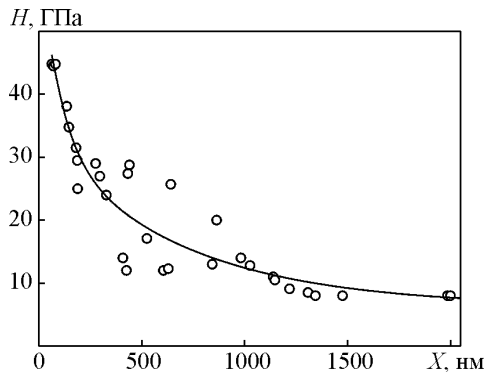


Рис. 4. Распределение микротвердости H по глубине x образца. Плотность энергии в импульсе 10 Дж/см^2 , число импульсов 100.

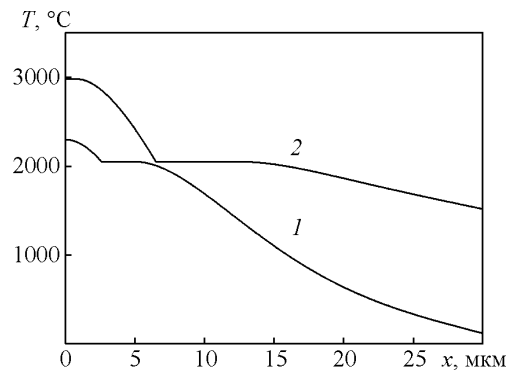


Рис. 5. Пространственное распределение температуры к концу последнего импульса при их числе 100 (1) и 500 (2). Плотность энергии в импульсе 10 Дж/см^2 .

поскольку аналогичный эффект наблюдали, например, в работе [5] и объясняли структурно-фазовыми изменениями при плавлении и последующей кристаллизации. Поскольку плавление поверхностного слоя протекает за времена много меньшие периода следования импульсов, то возрастание толщины модифицированного слоя с увеличением числа импульсов требует объяснения. С этой целью были проведены расчеты, представленные в следующем разделе.

Расчет температурного поля в керамике при облучении электронным пучком

Поскольку модификация поверхности керамики вызвана тепловым действием электронного пучка, то представлялось целесообразным оценить характер распределения температуры в облучаемом образце, как для одиночного импульса, так и для серии импульсов. Задачу решали в одномерном приближении с учетом следующих допущений. Импульс электронного тока имеет прямоугольную форму. Энергия электронов E_0 соответствует ускоряющему напряжению. Для распределения потерь энергии E электрона по глубине x облучаемого материала использовали аппроксимацию [12],

$$\frac{dE(x)}{dx} = -\frac{E_0}{R} \exp\left(-\frac{x}{R}\right), \quad (1)$$

где R — глубина, на которой теряется 99 % энергии электрона.

Величину R рассчитывали с использованием полуэмпирического соотношения [13], основанного на методе Монте-Карло. С учетом приведенных допущений распределение удельной объемной энергии, вводимой в твердое тело в течение времени t одиночного импульса, определяется соотношением

$$E(x, t) = \frac{dE}{dx} \frac{j}{q} t, \quad (2)$$

где j — плотность тока в пучке.

Распределение температуры рассчитывали путем решения нестационарного уравнения теплопроводности с источником тепла

$$\frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = \frac{\lambda}{C_v \rho} \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} + \frac{1}{C_v \rho} E_s(x, t), \quad (3)$$

где λ — теплопроводность, C_v — объемная теплоемкость, ρ — плотность керамики.

Энергия E_s источника тепла представлена в виде

$$E_s(x, t) = E_b(x, t) - E_{ph}(x, t), \quad (4)$$

где $E_b(x, t)$ — энергия, приносимая пучком, а $E_{ph}(x, t)$ — энергия, затрачиваемая на фазовые переходы. В свою очередь E_{ph} может быть представлена выражением

$$E_{ph}(x, t) = L_m \beta(T(x, t) - T_m) + L_v \beta(T(x, t) - T_v), \quad (5)$$

где L_m , T_m , L_v , T_v — скрытые теплоты и температуры плавления и испарения, соответственно. Уравнение (3) решали численно методом конечных разностей [14]. Весь диапазон температур разбивали на равные интервалы $\Delta T = 1 \text{ К}$. Функция β равнялась нулю для всех $T \neq T_m$ и единице при $T = T_m$. Для использования этой функции был разработан специальный программный код.

Результаты расчетов дали основания утверждать, что за время между импульсами, равное 1 с, температура становится одинаковой по образцу при его толщине 1 мм. От импульса к импульсу эта температура возрастает примерно на 1 К. Таким образом, для каждого последующего импульса повышается

уровень, от которого рассчитывается распределение температуры. Это обстоятельство и вызывает возрастание толщины переплавленной области. На рис. 5 приведены температурные профили, которые формируются к концу импульса с номером 100 и 1000. На каждой из кривых четко выделяются два участка, из которых левый описывает расплавленную, а правый нерасплавленную область. Указанное обстоятельство дало возможность построить зависимость толщины расплавленной области от числа импульсов (рис. 2). Характер зависимости согласуется с экспериментальными результатами.

Заключение

Результаты проведенных исследований однозначно свидетельствуют о принципиальной возможности импульсной электронно-лучевой модификации поверхности непроводящих материалов, в том числе и различных керамик. Использование для этих целей форвакуумных плазменных источников электронов обеспечивает энергетическую эффективность воздействия на диэлектрики, практически не отличающуюся от случая обработки металлических поверхностей.

Сопоставление экспериментальных и расчетных зависимостей указывает на целесообразность достижения необходимого эффекта воздействия в многоимпульсном режиме облучения с пониженной плотностью энергии в импульсе. Такой режим позволяет избежать механического разрушения образца, наблюдаемого из-за возникающих напряжений в случае одиночных импульсов с высокой плотностью энергии. Достижимое значение температуры в приповерхностной области облучаемого объекта повышается по мере набора импульсов. В зависимости от выбранных параметров электронного пучка кривая распределения температуры по глубине к концу импульса оказывается либо монотонно спадающей, либо содержащей участки постоянной температуры, соответствующие фазовым переходам. Увеличение энергии в импульсе приводит не к возрастанию толщины расплавленной области, а к более резкому повышению температуры и, как следствие, к уносу вещества за счет испарения. Указанное обстоятельство позволяет сделать вывод о том, что для увеличения глубины модифицированной области предпочтительнее использовать увеличение количества импульсов, а не повышение энергии пучка в импульсе.

Работа поддержана РФФИ (проект № 10-08-00257) и Минобрнауки (Проект № 2.1.2/1951).

Литература

1. Proskurovsky D.I., Rotstein V.P., Ozur G.E. Application of low-energy, high-current electron beams for surface modification of materials. Proc. Of 11th Intern. Conf. on High-Power Particle Beams. Prague, Czech Rep., June 10 – 14, 1996, v. 1, p. 259 – 262.
2. Proskurovsky D.I., Rotstein V.P., Ozur G.E. Use of low-energy, high-current electron beams for surface treatment of materials. Surface & Coatings Technology, 1997, v. 96, no. 1, p. 117 – 122.
3. Grigoryev S.V., Koval N.N., Shalnov K.V., Uemura K. Surface treatment of WC-Co dies with low energy high current electron beam irradiation preparation. Proc. Of 8th Conf. on Modif. of Materials. Tomsk, 2006, p. 255 – 257.
4. Wu D., Liu C., Zhu X.P., Lei M.K. Numerical study on modification of ceramic coatings by high-intensity pulsed ion beam. Vacuum, 2009, no. 83, p. 198 – 200.
5. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке. Известия ВУЗов. Физика, 2008, № 5, с. 60 – 70.
6. Суржиков А.П., Франгульян Т.С., Гынгазов С.А., Коваль Н.Н. Индуцированные сильноточным импульсным пучком низкоэнергетических электронов структурно-фазовые изменения в приповерхностных слоях корундо-циркониевой керамики. Перспективные материалы, 2008, № 3, с. 64 – 70.
7. Рау Э.И., Евстафьева Е.Н., Андрианов М.В. Механизмы зарядки диэлектриков при их облучении электронными пучками средних энергий. ФТТ, 2008, т. 50, № 4, с. 599 – 607.
8. Бурдовицин В.А., Климов А.С., Окс Е.М. О возможности электронно-лучевой обработки диэлектриков плазменным источником электронов в форвакуумной области давлений. Письма в ЖТФ, 2009, т. 35, вып. 11, с. 61 – 66.
9. Burdovitsin V.A., Oks E.M. Fore-vacuum plasma-cathode electron sources. Laser and particle beams, 2008, v. 26, Iss. 04, p. 619 – 635.
10. Медовник А.В., Бурдовицин В.А., Окс Е.М. Формирование импульсного электронного пучка в системе с плазменным катодом в форвакуумной области давлений. Известия вузов. Физика, 2010, т. 53, № 2, с. 27 – 32.
11. Медовник А.В., Бурдовицин В.А., Климов А.С., Окс Е.М. Электронно-лучевая обработка керамики. Физика и химия обработки материалов, 2010, № 3, с. 18 – 25.
12. Мухин К.Н. Экспериментальная ядерная физика. М.: Энергоиздат, 1983, т. 1, 616 с.
13. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Т. 1. Под ред. Гоулдстейна Дж. и др. М.: Мир, 1984, 304 с.
14. Березин И.С., Жидков Н.П. Методы вычислений. Т. 2. М.: Государственное издательство физико-математической литературы, 1959, 620 с.

Бурдовицин Виктор Алексеевич — Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, доктор технических наук, доцент, профессор. Специалист в области физики и техники газового разряда, а также эмиссии электронов из плазмы и формирования электронных пучков. E-mail: burdov@fet.tusur.ru.

Окс Ефим Михайлович — Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой. Специалист в области физики и техники вакуумного и газового разрядов, а также эмиссии заряженных частиц из плазмы и формирования электронных и ионных пучков. E-mail: oks@fet.tusur.ru.

Скробов Евгений Викторович — Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, магистрант. Специалист в области тепловых расчетов. E-mail: burdov@fet.tusur.ru.

Юшков Юрий Георгиевич — Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, аспирант. Специалист в области формирования импульсных электронных пучков в системах с плазменным катодом и электронной обработки материалов. E-mail: uyuushkov@sibmail.com.