

МОРФОЛОГІЯ СПЛАВУ Ti-41V-18Al ПІСЛЯ ІОННОЇ ІМПЛАНТАЦІЇ ТА ОБРОБКИ НСЕП

С.В. Соколов, О.О. Базиль

Сумський державний університет, м. Суми

Досліджується морфологія поверхні сплаву Ti-41V-18Al у вихідному стані та після імплантації іонів міді (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та нікелю (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$); подвійної імплантації заліза (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та цирконію (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$); опромінення НСЕП; після імплантації іонів міді і послідуєчої обробки НСЕП; комплексного впливу (подвійної імплантації іонів міді та нікелю, заліза та цирконію з послідуєчим опроміненням НСЕП). Розглянуті процеси, які відбуваються у приповерхневих шарах досліджуваного матеріалу.

ВСТУП

Розвиток ракетно-космічної та авіаційної техніки, суднобудування, хімічної промисловості ставить все більші вимоги до конструкційних матеріалів. У зв'язку з цим при виборі матеріалів для обладнання необхідно керуватися високими корозійно-механічною міцністю, жаростійкістю, зносостійкістю, пластичністю та ін. Таким вимогам відповідають титанові сплави.

Сплави титану з ванадієм поєднують переваги однофазних α -сплавів (добра зварюваність) і двофазних сплавів (здатність до зміцнювальної обробки, підвищена технологічна пластичність). Іншою перевагою ванадію як легуючого елемента титанових сплавів є відсутність у системі Ti-V евтектоїдних реакцій та металідних фаз [1]. Це практично виключає виникнення крихкості при нагріванні. Алюміній є основним легуючим елементом титанових сплавів. Завдяки легкоплавкості та здатності відновлювати окисли тугоплавких металів його використовують також для отримання лігатур із ванадієм [2].

Одним із ефективних напрямків модифікації матеріалів є іонна імплантація.

Аналіз робіт як вітчизняних, так і закордонних вчених [3 - 9] показав, що іонна імплантація дозволяє значно підвищити межу втомленості, міцність, жаростійкість, опір гарячій сольовій корозії, підвищити зносостійкість металів та сплавів. Однак найчастіше імплантація тільки одного виду іонів не призводить до бажаного поліпшення властивостей. Тому для обробки поверхневих шарів використовують подвійну імплантацію [10].

Останніми роками широко застосовується комплексна або комбінована обробка (одночасний або послідовний вплив декількох видів обробок, наприклад, іонної імплантації з опроміненням електронним пучком) [11-15]. Експериментальні роботи в даному напрямку свідчать про перспективність застосування інтенсивних іонних та електронних пучків для модифікації поверхневих шарів матеріалів та ефективність використання комплексної обробки для вирішення багатьох технологічних завдань [16, 17].

У свою чергу, на властивості матеріалів (зносостійкість, корозійну стійкість, тріщиностійкість та ін.) важливу роль відіграє морфологія поверхні, тому у статті досліджується зміна морфології сплаву Ti-V-Al під дією потоків іонів та електронів.

МЕТОДИ ЕКСПЕРИМЕНТУ, УМОВИ ОПРОМІНЕННЯ ТА ПІДГОТОВКИ ЗРАЗКІВ

Досліджувалися зразки сплаву складом Ti-41V-18Al розміром $22 \times 18 \times 2$ мм³, поверхня яких підлягала поліруванню. Імплантація іонів Cu (60 кВ) та Ni (40 кВ), Fe (60 кВ) та Zr (40 кВ) здійснювалася за допомогою вакуумно-дугового джерела іонів без сепаратора [18] з тривалістю імпульсу 200 мкс, частотою повторення імпульсів 50 Гц. Під час імплантації контролювалися частота, напруга, температура та доза опромінення; вакуум був 10^{-5} Торр.

Опромінення сильноточним електронним пучком здійснювалося на прискорювачі "Надія-2" [19] з енергією 10-20 кеВ, тривалістю імпульсу 2.5 мкс, густиною енергії 6 Дж/см².

Морфологія поверхні досліджувалася за допомогою атомно-силової (АСМ) та растрової електронної мікроскопії (РЕМ-102Е); структурно-фазовий аналіз – рентгенівської дифрактометрії (прилад ДРОН-2.0); елементний аналіз - методами зворотного розсіювання Резерфорда (РЗР) з пучком іонів $^4\text{He}^{++}$, вторинної іонної мас-спектрометрії (прилад МС-7201М); концентрація кисню визначалася за допомогою пружного резонансу реакції $^{16}\text{O}(^4\text{He}^{++}, ^4\text{He}^{++})\text{O}^{16}$ з енергією 3,05 МеВ, концентрація вуглецю - пружного резонансу протонів з енергією $E_p=1,744$ МеВ.

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

1 Морфологія поверхні сплаву Ti-41V-18Al у вихідному стані

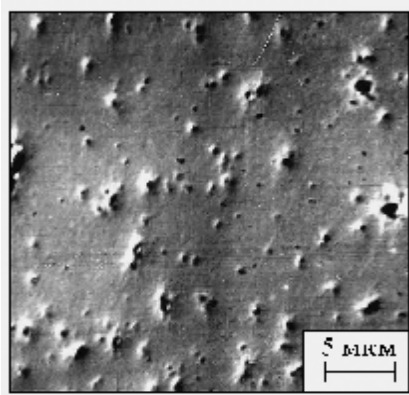


Рисунок 1 - РЕМ-знімок поверхні сплаву Ti-V-Al у вихідному стані

На знімку РЕМ (рис. 1), який отримано з поверхні титан-ванадій-алюмінієвого зразка у вихідному стані, помітні значні ямки травлення, які мають форму пагорбів із кратерами усередині. Утворення таких пагорбів пов'язано з неоднорідністю будови сплаву, до складу якого входять різні елементи (Al і V) з високою (вище меж розчинності) концентрацією. Перевищення меж їхньої розчинності призводить до виділення цих елементів у вигляді конгломератів. Розмір таких частинок становить від

0,2 мкм до 1,5 мкм. Ці неоднорідності займають невелику площу ~ 4 % від усієї площі поверхні РЕМ. Інша частина поверхні є однорідною та гладкою.

Для визначення шорсткості поверхні титанового сплаву використовували метод атомно-силової мікроскопії. У вихідному стані шорсткість поверхні становила 100 нм.

2 Морфологія поверхні сплаву Ti-41V-18Al після імплантації іонів Fe, Zr, Cu, Ni

Імплантація іонів міді (доза 2×10^{17} см⁻²) та нікелю (доза 5×10^{16} см⁻²) не призвела до значних змін морфології поверхні (рисунок 2) порівняно із вихідним станом. У цьому випадку також наявні ямки, але їхня

кількість і будова відмінні від тих, які були наявні на поверхні необроблених зразків. Після імплантації вони більше нагадують западини, а не пагорби з кратерами. Площа, що займається западинами, становить $\sim 10\%$ від усієї площі зразка досліджуваної РЕМ після імплантації. Більш того, ділянки між западинами мають менш гладку будову.

На рисунку 3 наведені знімки морфології поверхні, зроблені за допомогою атомно-силової мікроскопії (АСМ) та РЕМ-сплаву Ti-41V-18Al після подвійної імплантації заліза (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та цирконію (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$). Після іонної імплантації виявлена незначна шершавість поверхні, хоча можна побачити на РЕМ-знімках невеликі краплинки, які з'явилися через недостатню іонно-пучкову сепарацію.

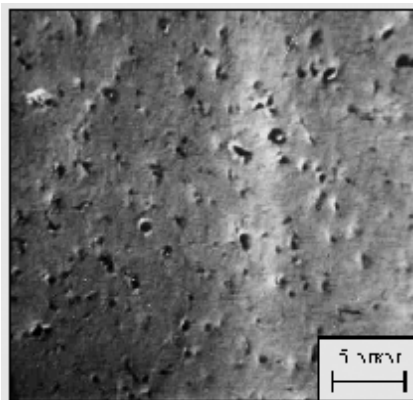
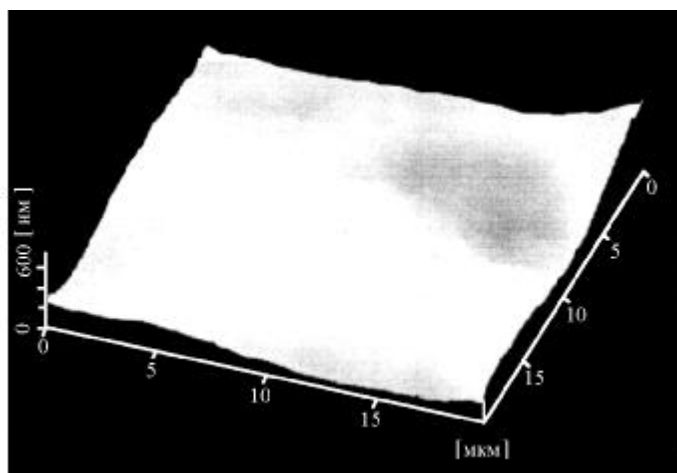
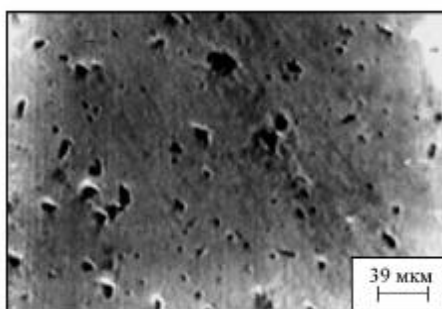


Рисунок 2 - РЕМ-знімок поверхні сплаву Ti-V-Al після імплантації Cu^+ ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)



a



б

Рисунок 3 - АСМ- (а) та РЕМ-знімки (б) морфології поверхні сплаву Ti-41V-18Al після подвійної імплантації іонами Fe^+ ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Zr^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)

Найбільш імовірними процесами зміни морфології поверхні в результаті імплантації є:

1 Утворення западин пов'язано з відсутністю сепарації пучка, у результаті чого на поверхню потрапляють краплі імплантованих елементів з енергією, достатньою для утворення ямок.

2 Зменшення шорсткості поверхні від 100 нм (вихідний стан) до 50 нм після подвійної іонної імплантації відбувається за рахунок розпилення.

На зміну морфології поверхні у результаті іонної імплантації вплинули також процеси фазоутворення і вибіркового розпилення більш легких, ніж титан, елементів, наприклад, алюмінію, який входить до складу вихідного сплаву.

3 Морфологія поверхні сплаву Ti-41V-18Al після опромінення НСЕП

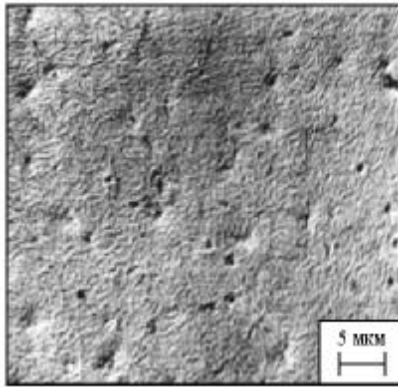


Рисунок 4 – РЕМ-знімок поверхні сплаву Ti-V-Al після опромінення НСЕП

Після опромінення НСЕП вихідного матеріалу морфологія поверхні (рис. 4) значною мірою відрізняється від морфології сплаву до обробки. На поверхні наявні ямки, кількість і розмір яких значно менший порівняно з вихідним станом. Розмір ямок не перевищує 1 мкм, а їхня середня густина становить $\sim 0,5$ на 1 мкм^2 . На поверхні помітна значна кількість хаотично розподілених пластин неправильної форми. Можна припустити, що висока швидкість охолодження поверхні після опромінення НСЕП ($\sim 5 \times 10^9 \text{ К/с}$ [20]) викликала додаткове $\beta \rightarrow \alpha''$ -мартенситне перетворення, і виявлені пластинки є α'' -фазами титану, що

підтверджується результатами рентгенівської дифрактометрії. Видно, що пластинки в основному розміщені перпендикулярно до ямок, а їхня довжина становить (1-5) мкм.

Спостерігається зменшення шорсткості поверхні.

4 Морфологія поверхні сплаву Ti-41V-18Al після комплексної обробки

Морфологія поверхні титанового сплаву Ti-V-Al після імплантації іонів міді і послідовного опромінення НСЕП (рис. 5) докорінно відрізняється від розглянутих вище. У цьому випадку поверхня містить численні кратери розміром до (3.5-4.5) мкм у діаметрі. Кратероутворення обумовлене неоднорідністю фізико-хімічного стану матеріалу. Відмінністю зразків, опромінених іонами міді та електронним пучком, від зразків, опромінених тільки НСЕП, є інтенсивне видалення матеріалу поверхневого шару,

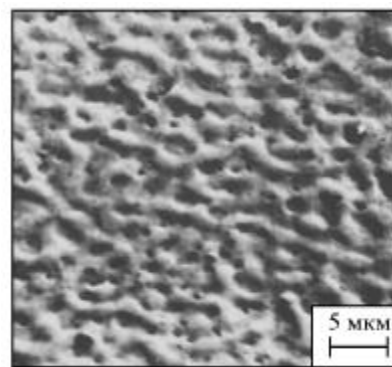


Рисунок 5 - РЕМ-знімок поверхні титан-ванадій-алюмінієвого сплаву після імплантації міді та опромінення НСЕП

причому основним механізмом виношення матеріалу є ерозійно-вибуховий механізм.

Утворенню настільки нерівної поверхні сприяла наявність великої кількості елементів і фаз. Компоненти сплаву мають різну температуру плавлення і сублімації. Тому коли одні елементи, наприклад, алюміній ($T_{\text{субл}}=2793 \text{ К}$) і мідь ($T_{\text{субл}}=2833 \text{ К}$ [19]), випаровуються, інші, наприклад, ванадій ($T_{\text{субл}}=3683 \text{ К}$ [21]) і титан ($T_{\text{субл}}=3558 \text{ К}$ [21]), тільки плавляться, а карбід титану ($T_{\text{пл}}=3433 \text{ К}$ [22]) – залишається у твердому стані. Тоді на ділянках поверхні з великим вмістом легкоплавких елементів утворилися кратери, а вали містять більш тугоплавкі фази. Це підтверджується результатами РЗР [23].

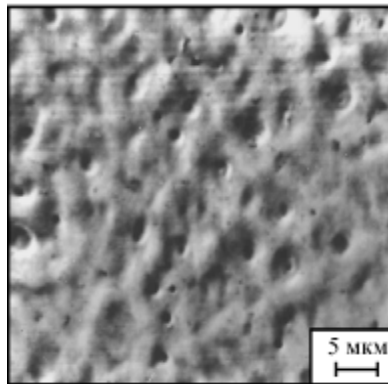


Рисунок 6 - РЕМ-знімок поверхні сплаву Ti-V-Al після імплантації міді і нікелю та опромінення НСЕП

Схожу на попередню морфологію поверхні мають зразки після комплексної обробки (рисунок 6). Тут також наявні кратери, але їхня кількість приблизно у 2 рази менша, їх розмір (~ 5 мкм) не на багато більший, а глибина кратерів значно менша. Рельєф поверхні в цьому випадку більш рівний, ніж після імплантації тільки іонів міді з послідовним опроміненням НСЕП (див. рис. 5). Це пов'язано з високою температурою сублімації нікелю та з більш високою концентрацією вуглецю у приповерхневому шарі після подвійної імплантації, який, утворюючи тугоплавкий карбід титану на поверхні, перешкоджає випаровуванню матеріалу сплаву.

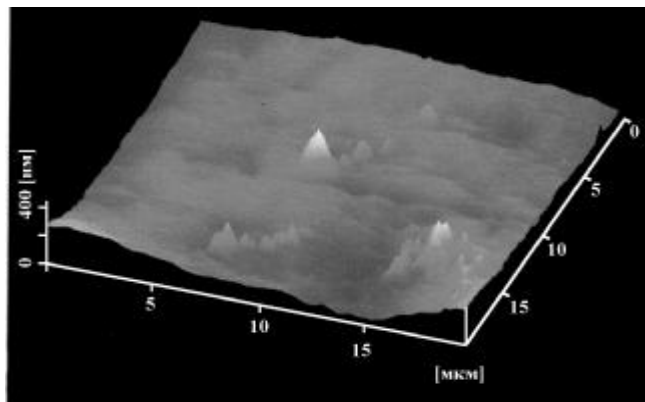
Для визначення шорсткості поверхні після імплантації міді ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) і опромінення НСЕП і після комбінованої обробки (подвійна іонна імплантація максимальними дозами з послідовною обробкою електронним пучком) зразки сплаву Ti-V-Al досліджувалися методом АСМ (рисунок 7 а і б) відповідно.

З рис. 7 а бачимо, що шорсткість поверхні становить ~ (400-450) нм. На поверхні наявні гострі виступи у виді конусів і пірамід, які розвиваються під дією конкуруючих процесів дифузії, розпилення та абляції матеріалу в результаті опромінення іонними та електронними пучками.

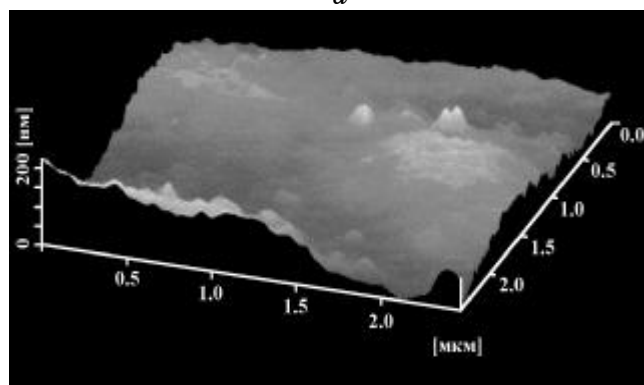
Шорсткість поверхні титан-ванадій-алюмінієвого зразка після комплексної обробки (див. рис. 7б) зменшилася порівняно із шорсткістю сплаву після імплантації міді та опромінення НСЕП і становить ~ (200-250) нм. Зменшення шорсткості після комплексної обробки, найбільш імовірно, пов'язане з тим, що збільшуються концентрація та глибина проникнення вуглецю після подвійної імплантації. Це призводить до утворення більшої кількості тугоплавких частинок карбіду титану.

У випадку комплексної обробки на поверхні також наявні виступи, але вони мають, найчастіше, більш округлу вершину, і їхня кількість більша, ніж у випадку обробки, поданої на рис. 7а.

Дані, отримані за допомогою АСМ, узгоджуються з результатами дослідження морфології поверхні растровим електронним мікроскопом.



a

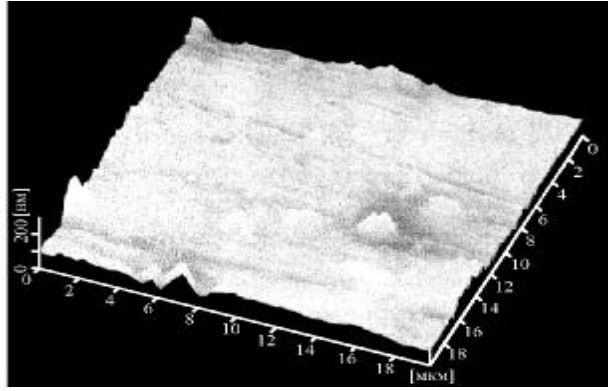


б

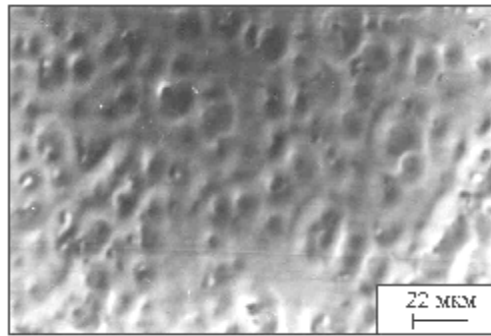
*Рисунок 7 – АСМ - дослідження морфології поверхні сплаву Ti-V-Al:
 а - після імплантації іонів Cu⁺ і послідууючого впливу НСЕП;
 б - після комплексної обробки*

Після опромінення НСЕП на поверхні імплантованого іонами заліза та цирконію зразка з'явилися кратери (рис. 8б), але порівняно з комплексною обробкою Cu⁺+Ni⁺+НСЕП кратери мають меншу глибину. Це можна пояснити тим, що у поверхневому шарі у випадку подвійної імплантації та Fe⁺+Zr⁺+НСЕП методом РЗР виявлена більша концентрація вуглецю та кисню, ніж при імплантації Cu⁺ та Ni⁺ [23, 24], що вплинуло на зменшення випаровування матеріалу. Окрім цього, залізо та цирконій мають більш високу температуру сублімації (T_{субл}=2860 К та 4400 К відповідно [21]) порівняно з міддю, і тому випаровуються менше. АСМ - дослідження показали (рисунок 8а), що обробка НСЕП призвела до невеликого збільшення шершавості поверхні через швидке нагрівання до плавлення та часткового випарювання легкоплавких елементів (Al) з поверхневого шару товщиною від 10 до 20 нм.

Таким чином, у результаті іонної імплантації відбулося утворення ямок на поверхні через відсутність сепарації іонного пучка і розпилення поверхні пучком імплантованих іонів. Опромінення НСЕП імплантованих зразків викликало утворення кратерів внаслідок випаровування більш легкоплавких компонентів сплаву. Виявлено, що чим більше карбиду титану знаходиться в приповерхневому шарі сплаву, тим менша нерівність поверхні.



a



б

Рисунок 8 - АСМ- (а) та РЕМ-дослідження (б) морфології поверхні Ti-V-Al сплаву після подвійної імплантації Fe та Zr і обробки НСЕВ

Автори висловлюють подяку професору О.Д. Погребняку за надані зразки та допомогу у АСМ – дослідженнях, професору В.І. Перекрестову за допомогу у РЕМ-дослідженнях.

SUMMARY

Ti-41V-18Al ALLOY MORPHOLOGY AFTER ION IMPLANTATION AND HCEB IRRADIATION

S.V. Sokolov, O.O. Bazil
Sumy State University, Sumy

The surface morphology of the Ti-41V-18Al alloy in the initial state and after ion implantation of Cu^+ (dose $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$) and Ni^+ (dose $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$); after double implantation of Fe^+ (dose $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$) and Zr^+ (dose $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$); after the HCEB treatment; after implantation of Cu^+ and subsequent treatment HCEB; after complex treatment (double implantation of Cu^+ and Ni^+ or of Fe^+ and Zr^+ with the subsequent HCEB treatment) are investigated. Processes, which take place in the surface layers, are considered.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Металлография титановых сплавов / Е.А. Борисова, Г.А. Бовчар, М.Я. Брун, С.Г. Глазунов, Б.А. Колачёв и др. - М.: Металлургия, 1980. - 464 с.
2. Титан / В.А. Гармата, А.Н. Петрунько, Н.В. Галицкий, Ю.Г. Олексов, Р.А. Сандлер. - М.: Металлургия, 1983.-559 с.
3. Шулов В.А., Ягодкин Ю.Д., Сулима А.М., Тетюхин В.В. Ионно-лучевая модификация поверхностных слоёв титановых сплавов // Металловедение и термическая обработка

- металлов. – 1990. – №8. – С. 24-29.
4. Гусева М.И. Ионная имплантация в неполупроводниковые материалы // Итоги науки и техники–1989.– Т.5. – С. 5-51.
 5. Комаров Ф.Ф. Ионная имплантация в металлы. – М.: Металлургия, 1990. – 216 с.
 6. Ионная имплантация / Под ред. Дж. К. Хирвонена, – М.: Металлургия, 1985. – 392 с.
 7. Hirvonen J.-P., Harskar F., Torn P., Willers H., Fusari A., Gibson N., Haupt J. Carbon and metal-carbon implantations into tool steels for improved tribological performance // Nuclear Instruments and Methods in Physical Research. – 1997. – Vol. B 127-128. – P. 922-929.
 8. Коротаев А.Д., Тюменцев А.Н. Аморфизация металлов методами ионной имплантации и ионного перемешивания // Известия ВУЗов. Физика. – 1994. – №8. – С. 3-30.
 9. Быковский Ю.А., Неволин В.Н., Фоминский В.Ю. Ионная и лазерная имплантация металлических материалов. - М.: Энергоатомиздат, 1991. - 240 с.
 10. Углов В.В. Формирование упрочняющих слоёв в железе при двойной имплантации ионов азота и бора // Тезисы докладов IV Всерос. конф. по модификации свойств конструкционных материалов пучками заряженных частиц (Томск-96). – Томск: ТПУ, 1996. – С. 316-318.
 11. Бондаренко Г.Г. Комбинированная модификация физико-химических свойств различных сталей // Тезисы докладов IV Всерос. конф. по модификации свойств конструкционных материалов пучками заряженных частиц (Томск-96). - Томск: ТПУ, 1996. - С. 257-258.
 12. Валяев А.Н., Погребняк А.Д., Кишимото Н., Ладышев В.С. Модификация свойств материалов и синтез тонких плёнок при облучении интенсивными электронными и ионными пучками. – Усть-Каменогорск: ВКТУ, 2000. – 345 с.
 13. Смыслов А.М. Особенности ремонта лопаток ГТД с покрытием нитрида титана с имплантированным подслоем // Тезисы докладов IV Всерос. конф. по модификации свойств конструкционных материалов пучками заряженных частиц (Томск-96). – Томск: ТПУ, 1996. – С. 397-399.
 14. Вдовин С.Ф., Решетников С.М. Влияние электроискрового легирования и последующего отжига на повышение жаростойкости конструкционных металлических материалов // Защита металлов. – 2000. – Т. 36, №3. – С.325-327.
 15. Ремнёв Г.Е. Модификация инструментальных сталей мощными ионными пучками // Тезисы докладов IV Всерос. конф. по модификации свойств конструкционных материалов пучками заряженных частиц (Томск-96). - Томск: ТПУ, 1996. - С. 264-265.
 16. Иванов Ю.Ф., Погребняк А.Д., Лаврентьев В.И. Модификация монокристаллов меди ионными и электронными пучками // Металлофиз. новейшие технол. – 1996. – Т. 18, №9. – С. 43-51
 17. Базыль Е.А., Погребняк А.Д., Гриценко Б.П., Соколов С.В., Стайко В.В., Свириденко Н.В., Братушка С.Н. Изменение свойств титанового сплава BT-23, вызванное имплантацией ионов железа и циркония и последующим воздействием низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком // Письма в ЖТФ. – 1999. – Т. 25, В. 15. – С. 66-73.
 18. Poate J.M., Foti G. and Jacobson D.C. // Surface Modification and Alloying by Laser, Ion and Elektron Beams.-New York and London: Plenum Press.-1983.-P.424.
 19. Proskurovskiy D.I., Rotstein V.P., Ozzur G.E., Markov A.B., Nazarov N.V., Shulov V.A., Nazarov H.A., Ivanov Yu.F., Bucheit S. // J. Vac. Sci.Tech. A.-1998.-16, №4.-P.2480-2488.
 20. Pogrebnyak A.D., Proskurovskii D.I. Modification of metall surface layer properties using pulsed electron beams // Physics State Solid. – 1994. – Vol. A145. - P. 9-49.
 21. Смитлз К.Дж. Металлы: Справочник/ Пер. с англ. - М.: Металлургия, 1980. - 447 с.
 22. Самсонов Г.В., Упадхья Г.Ш., Нешпоров В.С. Физическое материаловедение карбидов. – К.: Наукова думка, 1974. – 455 с.
 23. Погребняк О.Д., Кобзев А.П., Гриценко Б.П., Соколов С.В., Базиль О.О., Свириденко М.В., Валяев А.М. Зміни механічних властивостей сплаву Ti-V-Al після іонної імплантації Cu і Ni та обробки сильноточним електронним пучком // Укр. фіз. журн. – 2000. – Т.45, №6. – С. 711-716.
 24. Pogrebnyak Alexander D., Kobzev Alexander P., Gritsenko Boris P., Sokolov Sergey, Bazyl Elena, Sviridenko Nikolai V., Valyaev Alexander N., Ivanov Yurii F. Effect of Fe and Zr ion implantation and high-current electron irradiation treatment on chemical and mechanical properties of Ti-V-Al alloy // J. Appl. Phys. – 2000. – Vol. 87, №3. – P. 2142-2148.

Соколов С.В., кандидат фіз.-мат. наук, доцент;
Базиль О.О., кандидат фіз.-мат. наук, доцент

Надійшла до редакції 5 листопада 2008 р.