

СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

БАЗИЛЬ ОЛЕНА ОЛЕКСАНДРІВНА

УДК 537.533.35; 620.178.1

**ВПЛИВ ІОННОЇ ІМПЛАНТАЦІЇ ТА ЕЛЕКТРОННОГО ОПРОМІНЕННЯ НА
КРИСТАЛІЧНУ СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ Ti-V-Al**

01.04.07 – фізика твердого тіла

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеню
кандидата фізико-математичних наук

Суми-2001

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана у Сумському державному університеті Міністерства освіти і науки України.

Науковий керівник – доктор фізико-математичних наук, професор
Погребняк Олександр Дмитрович, професор
кафедри прикладної фізики Сумського
державного університету

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук, професор
Коваль Адольф Григорович, завідувач
проблемної лабораторії іонних процесів
Харківського національного університету
ім. В.Н. Каразіна

кандидат фізико-математичних наук, доцент
Лобода Валерій Борисович, декан-фізико-
математичного факультету Сумського
державного педагогічного університету
ім. А.С. Макаренка

Провідна установа – Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова
НАН України, відділ фізики міцності
та пластичності негетерогенних сплавів,
(м. Київ)

Захист відбудеться "26" червня 2001 року о 14 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради К 55.051.02 при Сумському державному університеті (40007 м. Суми, вул. Римськова-Корсакова, 2, корпус ЕТ, ауд. 216).

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Сумського державного університету.

Автореферат розісланий "25" травня 2001 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради

Опанасюк А.С.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

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 високою корозійною стійкістю, корозійно-механічною міцністю і т. ін. Таким вимогам відповідають титанові сплави.

Однак зносостійкість, жаростійкість, втомна міцність, опір сольовій корозії титанових сплавів при підвищених температурах не задовольняє вимоги виробництва. Тому поліпшення фізичних і механічних характеристик цих матеріалів є важливим завданням. Іонна імплантація – один із перспективних методів обробки поверхневих шарів виробів із жаростійких матеріалів, що експлуатуються в умовах агресивних середовищ, циклічних навантажень і підвищених температур. Аналіз робіт як вітчизняних, так і закордонних авторів показав, що іонна імплантація дозволяє значно підвищити межу втомленості, міцність, жаростійкість, опір гарячій сольовій корозії, підвищити зносостійкість металів та сплавів. Однак часто імплантація тільки одного виду іонів не приводить до бажаного поліпшення трибологічних властивостей. Тому для обробки поверхневих шарів використовують подвійну імплантацію.

Останніми роками також знаходить широке застосування комплексна або комбінована обробка (одночасний або послідовний вплив декількох обробок, наприклад, іонної імплантації з опроміненням електронним пучком). 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.

Актуальність роботи. Аналіз літературних даних показав, що в основному для обробки металів використовують подвійну імплантацію, імплантацію разом із нанесенням покриттів, одинарну імплантацію з подальшим відпалом електронним пучком, або термічну обробку з іонною імплантацією (II). Але механізми фізичних процесів, які відбуваються в металевих матеріалах в результаті комбінованого опромінення іонними та електронними пучками, вивчені недостатньо. У той самий час практично відсутні детальні дослідження структури, елементного та фазового складу поверхневих шарів перспективних для використання в різних галузях промисловості титанових та ванадієвих сплавів після подвійної імплантації та обробки низькоенергетичним сильнопоточним електронним пучком (НСЕП). Дослідження фізичних процесів у титан-ванадій-алюмінієвому сплаві важливі для розуміння впливу іонної імплантації та подальшого опромінення електронним пучком на фізико-механічні властивості і перспективні з практичної точки зору насамперед для прогнозування міцності, надійності і довговічності деталей в умовах великих циклічних навантажень.

Виходячи з цього, можна зробити висновок, що актуальним є дослідження структурно-фазових перетворень, морфології, елементного складу в поверхневих шарах матеріалів, зокрема титанових сплавів, після комплексної обробки (тобто після подвійної імплантації і подальшого опромінення НСЕП) та виявлення закономірностей цих перетворень.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота виконана на кафедрах фізичної електроніки і прикладної фізики Сумського державного університету. Вона є складовою частиною проекту ДКНТ "Радуга" 06.05.04/007 К-95, проекту 2М/076-2000 Міністерства освіти і науки України.

Мета і задачі дослідження. Метою дисертаційної роботи є встановлення закономірностей зміни структури, морфології поверхні, елементного і фазового складу сплаву Ti-V-Al під впливом імплантації іонів міді і нікелю і подальшого опромінення низькоенергетичним сильноточковим електронним пучком (НСЕП) для керування фізико-механічними властивостями.

Для здійснення цієї мети були поставлені і вирішені такі задачі:

1. За допомогою атомно-фізичних методів аналізу вивчити елементний склад, структурно-фазові перетворення і дислокаційну субструктуру в сплаві Ti-V-Al після подвійної обробки.

2. Дослідити розподіл елементів за глибиною модифікованого шару після імплантації та подальшого опромінення НСЕП.

3. Визначити вплив імплантації іонів Cu^+ і Ni^+ та подальшого опромінення НСЕП на фізико-механічні властивості титанового сплаву.

Вибір матеріалу і методів дослідження визначався метою і поставленими завданнями дослідження.

Об'єкт дослідження – зразки сплаву Ti-V-Al.

Предмет дослідження – вплив одинарної та подвійної імплантації, опромінення НСЕП, комбінованої обробки (подвійна іонна імплантація іонів міді та нікелю з подальшим опроміненням НСЕП) на структуру, елементний та фазовий склад, морфологію поверхні та фізико-механічні властивості сплаву Ti-V-Al.

У роботі використовувалися такі методи: просвічувальна, растрова та атомно-силова мікроскопія, вторинна іонна мас-спектрометрія, резерфордівське зворотне розсіяння, пружний резонанс ядерних реакцій, рентгеноструктурний аналіз, що дозволяє всебічно дослідити зміни структури, елементного та фазового складу, морфології поверхні титанового сплаву.

Наукова новизна отриманих результатів.

1. Вперше проведені комплексні дослідження структури, елементного і фазового складу сплаву Ti-V-Al після імплантації іонів міді і нікелю і подальшого впливу НСЕП.

2. Показано, що послідовність і доза імплантації впливають на глибину проникнення та

максимальну концентрацію імплантованих і супутніх елементів.

3. Проведений розрахунок товщини розпиленого шару після одинарної та подвійної імплантації іонів міді та нікелю в трикомпонентному сплаві Ti-V-Al, яка складає ~ 25 та 47 нм відповідно.

4. Вперше встановлена така закономірність: опромінення електронним пучком імплантованих зразків приводить до виділення вторинних фаз з легувальними елементами, якщо їх концентрація перевищує 1 ат.% і вони не утворюють ряд неперервних розчинів з титаном.

5. Виявлено, що подвійна імплантація та комплексна обробка приводять до поліпшення таких характеристик титанового сплаву: збільшується втомна міцність (~ 10 % та 60 % відповідно) та мікротвердість (від 1760 МПа у вихідному стані до 2370 МПа після подвійної імплантації та до 2940 МПа після комбінованої обробки), зменшується об'ємний винос на 34 % та 52 % відповідно і коефіцієнт тертя в 1.8 рази після комплексного опромінення порівняно з вихідним станом.

Практична цінність роботи. Результати, отримані в дисертації, розширюють уявлення про вплив комплексної обробки на структурно-фазові зміни у приповерхневому шарі титанових сплавів. Отримані закономірності дозволяють цілеспрямовано модифікувати фізико-механічні властивості приповерхневих шарів титан-ванадій-алюмінієвих сплавів шляхом подвійної іонної імплантації і подальшого опромінення НСЕП. Результати досліджень можуть бути використані в різних галузях промисловості, наприклад, в авіабудуванні при виготовленні деталей авіаційних двигунів.

Особистий внесок здобувача. Аналіз літературних даних дисертант виконав самостійно. Автор брав безпосередню участь у постановленні завдань досліджень, у приготуванні зразків для іонної імплантації, у визначенні методів вирішення поставлених задач, в обговоренні плану досліджень, в обробці та інтерпретації експериментальних результатів, а також в написанні та оформленні робіт [1-8]. Дисертант самостійно написав 1 розділ в роботі [1], по 2 розділи в статтях [2, 4, 5], готував зразки для дослідження в роботах [3, 4], подавав результати досліджень на конференціях [6-8], повністю провів вимірювання мікротвердості і написав тезу доповіді [8].

Апробація результатів дисертації. Основні результати дисертаційних досліджень доповідалися та обговорювалися на IV Міжнародній конференції з фізики і технології тонких плівок (Івано-Франківськ, Україна, 1997 рік), на II Міжнародному симпозиумі із застосування іонних і електронних пучків ION'98 (Казимир Долні, Польща, 1998 рік), на III Міжнародній конференції з модифікації властивостей поверхневих шарів матеріалів пучками частинок MPSL'99 (Суми, Україна, 1999 рік), на Міжнародній конференції з модифікації поверхні металів іонними пучками SMMIB'99 (Бейджинг, Китай, 1999 рік), на III Міжнародному симпозиумі із застосування іонних і електронних пучків ION'2000 (Казимир Долні, Польща, 2000 рік), на VII Міжнародній конференції з технології обробки поверхні плазмою (Гермш-Партеркірхен, Німеччина, 2000 рік),

на IV Міжнародному симпозиумі "Вакуумні технології та обладнання" ISVTE-4 (Харків, Україна, 2001 рік), на науковій конференції викладачів, співробітників, аспірантів та студентів фізико-технічного факультету Сумського державного університету (Суми, Україна, 2001 рік).

Публікації. Основні результати дисертації опубліковані в 18 роботах, 8 із яких наведено наприкінці автореферату, із них 5 статей.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається із вступу, чотирьох розділів, висновків, додатка та списку використаних джерел загальним обсягом 156 сторінок, у тому числі 38 рисунків, 9 таблиць, 1 додаток. Список використаних джерел містить 142 найменування.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обґрунтована актуальність теми дисертації, сформульовані мета та завдання роботи, відображені новизна отриманих результатів, їх наукове, практичне значення та апробація, показаний особистий внесок здобувача.

У першому розділі наведений огляд літератури з модифікації приповерхневих шарів іонними та електронними пучками. У підрозділі 1.1 описані процеси, які відбуваються при імплантації іонів. Розглянуто вплив іонної імплантації на фізико-хімічні і механічні властивості металів та сплавів. Показано, що імплантація іонів одного типу не завжди приводить до одержання бажаного ефекту. У цьому випадку для поліпшення фізико-механічних характеристик використовують імплантацію іонів декількох типів. У підрозділі 1.2 розглянуті фізичні процеси, які відбуваються при взаємодії електронів із речовиною, і приведені результати досліджень фізико-хімічного стану поверхневих шарів і властивостей титанових і ванадієвих сплавів після опромінення електронним пучком.

Таким чином, у першому розділі досліджуються фізичні процеси, які супроводжують опромінення матеріалів електронними та іонними пучками, та зміна структури, фазового і елементного складу, морфології поверхні внаслідок дії такої обробки.

У другому розділі обґрунтований вибір об'єктів дослідження, методів та параметрів обробки, описані експериментальні методики, умови приготування зразків, методи аналізу, математична обробка експериментальних даних.

Об'єктом досліджень вибраний сплав складом 41 ат.% Ti – 41 ат.% V – 18 ат.% Al.

Проведено дослідження 14 серій зразків сплаву Ti-V-Al (табл. 1). Імплантація іонів міді ($E=60$ кеВ) і нікелю ($E=40$ кеВ) в сплав Ti-V-Al проводилася на вакуумно-дуговому джерелі іонів без сепаратора "Диана-6" (типу MEVVA) при тривалості опромінення 200 мкс. Для обробки зразків Ti-V-Al після іонної імплантації міді і нікелю використовувався низькоенергетичний сильнотіковий електронний пучок (НСЕП). Опромінення проводилося з використанням

електронного джерела "Надежда-2" із параметрами: енергія 10-20 кеВ, тривалість імпульсу 2.5 мкс, густина енергії 6 Дж/см².

Таблиця 1

Класифікація зразків, які досліджувалися

Номер серії	Обробка
1	Необроблені зразки (вихідний стан)
2	Опромінення вихідних зразків НСЕП
3	Імплантація вихідних зразків іонами міді (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)
4	Імплантація вихідних зразків іонами міді (доза 10^{17} см^{-2})
5	Імплантація вихідних зразків іонами міді (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$)
6	Послідовна імплантація сплаву Ti-V-Al іонами Cu^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)
7	Послідовна імплантація сплаву Ti-V-Al іонами Cu^+ ($D=10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)
8	Послідовна імплантація сплаву Ti-V-Al іонами Cu^+ ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)
9	Опромінення електронним пучком зразків, імпантованих іонами міді (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)
10	Опромінення електронним пучком зразків, імпантованих іонами міді (доза 10^{17} см^{-2})
11	Опромінення електронним пучком зразків, імпантованих іонами міді (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$)
12	Опромінення зразків, імпантованих іонами Cu^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), НСЕП
13	Опромінення зразків, імпантованих іонами Cu^+ ($D=10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), НСЕП
14	Опромінення зразків, імпантованих іонами Cu^+ ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) та Ni^+ ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), НСЕП

Для дослідження структури, фазового і елементного складу, морфології поверхні сплаву Ti-V-Al використовувалися такі методи: просвічувальна електронна мікроскопія (ПЕМ), рентгеноструктурний аналіз (РСА), вторинна іонна мас-спектрометрія (ВІМС), резерфордівське зворотне розсіювання (РЗР), пружний резонанс ядерних реакцій (ПРЯР), растрова електронна

(РЕМ) і атомно-силовою мікроскопією (АСМ).

Вимірювання мікротвердості проводили на приладі ПМТ-3 з використанням пірамідки Віккерса при навантаженні 100 г.

Визначення коефіцієнта тертя та зносу проводилося на повітрі без мастила при кімнатній температурі за схемою "куля на диску". Куля була виготовлена з інструментальної сталі 100Cr6 (AISI 52100). Параметри випробування: навантаження 2.2 Н, частота руху кулі 2 і 7 Гц для дослідження коефіцієнта тертя і зносу відповідно.

Для дослідження втомної міцності сплаву Ti-V-Al була використана багатозразкова машина з вібратором. Для побудови кривої втоми і визначення втомної міцності використовували 15 однакових зразків, які піддавалися 10^8 циклам навантажень.

У третьому розділі досліджувався вплив опромінення НСЕП, одинарної та подвійної імплантації, комплексної обробки на зміну структури та морфології поверхні, елементного та фазового складу сплаву Ti-V-Al.

Для дослідження морфології поверхні використовували атомно-силову і растрову електронну мікроскопію. У вихідному стані шорсткість поверхні складала 100 нм. На поверхні були помітні невеликі подряпини і ямки травлення, які залишилися після попередньої обробки (рис. 1, а). У результаті розпилення поверхні при імплантації шорсткість зменшилася до 50 нм. Оцінимо товщину розпиленого шару Δx у випадку подвійної імплантації. Покладемо, що вона дорівнює сумі глибин, із якої вилітають атоми при розпиленні міді і нікелю.

Глибину Δx_0 , із якої вилітають атоми при розпиленні, можна розрахувати за формулою

$$\Delta x_0 \approx \frac{1 - m}{1 - 2m} \frac{E_{x0}^{2m}}{NC_m}, \quad (1)$$

де m – безрозмірний параметр у степеневих атомних потенціалах, який повільно змінюється від $m=1$ при високих енергіях до $m=0$ при дуже низьких енергіях;

E_{x0} – енергія, отримана атомом мішені від іона, який налітає;

N – концентрація атомів у вихідному матеріалі;

C_m – константа поперечного перерізу в степеневих потенціалах.

Товщина розпиленого шару у випадку імплантації іонів міді складає 25.06 нм, а у випадку нікелю 21.86 нм, тоді теоретично розраховане значення товщини розпиленого шару після подвійної імплантації складає ≈ 47 нм, що повністю узгоджується з експериментально отриманим. Подальша обробка НСЕП у результаті плавлення і часткового випаровування поверхневого шару збільшила шорсткість поверхні до $\sim (200-250)$ нм і з'явилися кратери (рис. 1, б), що свідчить про ерозійно-вибуховий механізм виносу матеріалу.

Наступним кроком було проведення елементного і структурно-фазового аналізу приповерхневого шару титанового сплаву, щоб встановити зв'язок між змінами, які відбуваються у модифікованому шарі, і фізико-механічними характеристиками матеріалу, тобто визначити вплив опромінення іонними та електронними пучками на структуру та властивості сплаву.

Для дослідження елементного складу за глибиною обробленого матеріалу використовували методи ВІМС і РЗР, а для визначення концентрації легких елементів (кисню і вуглецю) - пружний резонанс ядерної реакції $^{16}\text{O}(^4\text{He}^{++}, ^4\text{He}^{++})\text{O}^{16}$ з енергією 3.05 MeV і пружний резонанс протонів з енергією 1.744 MeV відповідно.

На енергетичному спектрі РЗР (рис. 2), який отриманий для зразків із титанового сплаву після подвійної імплантації, присутні як піки, які відповідають вихідному матеріалу (Ti^+ , V^+ , Al^+), так і піки імплантованих (Cu^+ , Ni^+) елементів та кисню. Методом ВІМС, крім зазначених елементів виявлені вуглець, TiO^+ , Ti_2O^+ .

а)

б)

Рис.1. РЕМ-дослідження поверхні титанового сплаву:

а - вихідний стан;

б – після подвійної імплантації та опромінення електронним пучком.

Рис. 2. Спектр енергій РЗР, отриманий при використанні $^4\text{He}^{++}$ для зразків Ti-V-Al після подвійної імплантації іонів Cu^+ (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) і Ni^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), енергія іонів гелію 2.429 MeV.

Концентраційні профілі іонів міді в приповерхневому шарі сплаву Ti-V-Al, побудовані за результатами РЗР (рис. 3), показали, що максимальна концентрація і глибина проникнення міді збільшуються, а пік максимальної концентрації зміщується всередину зразка при збільшенні дози імплантації іонів Cu^+ . Максимальна концентрація міді складає 3.4 ат.% на глибині 100 нм після імплантації іонів міді дозою $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$. У випадку подвійної імплантації отримана така закономірність: концентрація нікелю істотно залежить від дози попередньої імплантації іонів міді. Концентрація нікелю збільшується до максимального значення 1.2 ат.% (42-50) нм при збільшенні концентрації міді в приповерхневому шарі.

Дослідження, проведені за допомогою пружного резонансу ядерної реакції $^{16}\text{O}(^4\text{He}^{++}, ^4\text{He}^{++})\text{O}^{16}$, виявили, що збільшення дози імплантації іонів міді при постійній дозі імплантації іонів нікелю ($5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) приводить до зменшення пікової концентрації кисню і збільшення глибини проникнення, що пов'язано з розпиленням поверхні та посиленням процесів балістичного перемішування кисню з матеріалом матриці пучком імплантованих іонів.

Пружний резонанс протонів показав, що зі збільшенням дози імплантації міді концентрація і глибина проникнення вуглецю збільшуються, що обумовлено значною рухливістю цього елемента, розпиленням поверхневої оксидної плівки, яка відіграє роль захисного шару, і процесами балістичного перемішування адсорбованої на поверхні вуглецевої плівки з матеріалом матриці. Глибина проникнення вуглецю збільшилася майже в 5 разів і складає ~ 1 мкм при імплантації міді дозою $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ порівняно з дозою $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$.

Рис. 3. Концентрацій-ні профілі міді у сплаві Ti-V-Al після одинарної імплантації іонів Cu^+ дозами:

1 – $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$;

2 – 10^{17} см^{-2} ;

3 – $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

Вплив НСЕП приводить до перерозподілу елементів у приповерхневому шарі: до розмиття концентраційних профілів, значного зменшення концентрації міді і нікелю, збільшення глибини проникнення кисню і вуглецю. Глибина проникнення кисню зросла до 2.5 мкм, вуглецю - до 3 мкм, що обумовлено плавленням поверхневого шару товщиною ~ 4.3 мкм та процесами термодифузії.

Таким чином, за допомогою елементного аналізу методами РЗР, ВІМС, ПРЯР установлені такі закономірності. Зі збільшенням дози імплантації іонів міді концентрація і глибина проникнення імплантованих елементів і вуглецю збільшуються, а пікова концентрація кисню в приповерхневому шарі зменшується.

Дослідження структури і фазового складу приповерхневих шарів зразків Ti-V-Al здійснювалося за допомогою РСА і ПЕМ.

У вихідному стані сплав Ti-V-Al був неоднорідний, що пов'язано з високою концентрацією ванадію, та містив три різних структури: зерна з дислокаційною субструктурою; зерна з кристалами, розташованими упорядковано, паралельно один одному, створюючи пачки або пакети, і зерна з кристалами пластинчастої морфології. Скалярна густина дислокацій складала $5 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$.

Подвійна імплантація Cu і Ni приводить до збільшення скалярної густини дислокацій до $1.5 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ та кількості зерен із кристалами пакетного мартенситу, зменшення кількості зерен із дислокаційною субструктурою, збільшення кута азимутальної розорієнтації, сегрегації твердого розчину поверхневого шару сплаву. Встановлено, що збільшення кількості зерен із пакетним мартенситом пов'язано з високими напруженнями, що викликаються імплантацією іонів міді і нікелю,

а зменшення кількості зерен β -фази з дислокаційною субструктурою - з насиченням α -стабілізуючими елементами (киснем і вуглецем) поверхневого шару титанового сплаву.

Подальше опромінення НСЕП викликало утворення майже 100 % β -фази титану, привело до здрібнення зернистої структури (середній розмір зерен складає 0.3 мкм), збільшення розорієнтації мікрообластей і утворення інтерметалідних сполук Ti_2Cu (ГЦК-решітка з параметром $a=1.132\pm 0.021$ нм) і Ti_2Ni (ГЦК-решітка з параметром $a=1.130\pm 0.006$ нм) (рис. 4). Здрібнення зернистої структури пов'язано з процесами рекристалізації з великими швидкостями, а утворення практично 100% β -фази – із переходом α -стабілізаторів (кисню і вуглецю) із розчину в титані в хімічну сполуку.

Четвертий розділ присвячений дослідженню впливу опромінення іонними та електронними пучками на фізико-механічні властивості сплаву Ti-V-Al: мікротвердість, коефіцієнт тертя, зносостійкість, втомну міцність.

Результати вимірювань мікротвердості подані в таблиці 2 з урахуванням довірчого інтервалу.

а)

б)

Рис. 4. Мікродифракція титанового сплаву після комбінованого опромінення (а) та її розшифровка (б):

- - рефлекси, які відповідають Ti_2Cu , орієнтація [100];
- ◇ - рефлекси, які відповідають Ti_2Ni , орієнтація [111];
- ▲ - рефлекси, які відповідають β -фазі титану, орієнтація [120].

Таблиця 2

Мікротвердість сплаву Ti-V-Al після імплантації іонів Cu^+ і Ni^+ і обробки НСЕП

Стан	Мікротвердість, МПа
Вихідний	1760±10
Обробка НСЕП	1930±10
Одинарна імплантація іонів Cu дозою 2×10^{17} см ⁻²	2150±10
Подвійна імплантація іонів Cu дозою 2×10^{17} см ⁻² та Ni дозою 5×10^{16} см ⁻²	2370±10
Одинарна імплантація іонів Cu дозою 2×10^{17} см ⁻² і подальша обробка НСЕП	2660±10

Подвійна імплантація іонів міді дозою $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$, нікелю дозою $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ та подальша обробка НСЕП	2940±10
---	---------

З таблиці 2 випливає, що одинарна імплантація іонів Cu^+ дозою $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ виявляється більш ефективною для підвищення мікротвердості (мікротвердість збільшилася на 22 %) порівняно з обробкою електронним пучком, де збільшення складає усього $\sim 10\%$ порівняно з вихідними зразками. Збільшення мікротвердості в результаті імплантації обумовлено зміцненням поверхневих шарів за рахунок утворення мартенситних фаз і дрібнодисперсних включень (карбіди, оксикарбіди). Подвійна імплантація іонів міді і нікелю дозволила збільшити мікротвердість титанового сплаву на 35 %, що пов'язано з підвищенням концентрації вуглецю у приповерхневому шарі, збільшенням кількості твердих карбідів, міцного мартенситу. Найбільш сильно впливає на зміну мікротвердості як імплантація іонів міді з подальшою обробкою НСЕП, так і подвійна іонна імплантація іонів міді і нікелю та опромінення електронним пучком. Мікротвердість збільшується в першому випадку \sim на 51 %, а в другому – на 67 % порівняно з вихідним зразком. Після комплексної обробки вуглець і кисень проникли на значну глибину (2.5 і 3 мкм відповідно) і перейшли в зв'язаний стан – карбіди та оксикарбіди, відбулися здрібнення зерен та підвищення густини дислокацій до $2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ – все це позитивно вплинуло на мікротвердість.

Після подвійної імплантації та подальшої обробки НСЕП значення коефіцієнта тертя зменшилося у 1.8 раз від 0.9 (у вихідному стані) до 0.5 після комплексної обробки. Величину коефіцієнта тертя визначає тонка поверхнева окисна плівка і певне співвідношення в поверхневому шарі графіту і карбиду титану. Зменшення тертя пов'язано зі зміцненням у результаті утворення твердих частинок вторинних фаз.

Збільшення мікротвердості та зменшення коефіцієнта тертя привели до збільшення зносостійкості, про що свідчить зменшення об'ємного виносу матеріалу. Причому час, протягом якого знос має низьке значення (рис. 5), можна пов'язати з глибиною проникнення вуглецю. Наприклад, при збільшенні глибини проникнення вуглецю від 1 мкм до 3 мкм після комплексної обробки знос був менший за $200 \times 10^3 \text{ мм}^3$ протягом ~ 0.75 і ~ 2.3 години відповідно. Таким чином, підвищення зносостійкості матеріалів після імплантації відбувається за рахунок збільшення твердості поверхневих шарів і за рахунок зниження коефіцієнта тертя. Зменшення об'ємного виносу після комплексної обробки пов'язано з більшою глибиною проникнення кисню та вуглецю (до 3 мкм). Але навіть після 3 годин зносу об'ємний винос зменшився в результаті подвійної іонної імплантації міді і нікелю максимальними дозами \sim на 34 %, а після комплексної обробки \sim на 52 %.

Подвійна імплантація іонів Cu^+ і Ni^+ у сплав привела до збільшення втомної міцності навіть після 10^6 циклів випробувань від ~ 349 МПа до ~ 378 МПа, на що впливає уповільнення процесу утворення і росту втомної тріщини в результаті проникнення нікелю, який підвищує пластичність титанового сплаву, утворення пакетного мартенситу, збільшення концентрації вуглецю в приповерхневому шарі та точкових дефектів, що створюють перешкоди для руху дислокацій. Подальша обробка НСЕП збільшила втомну міцність на 60 %, що обумовлено збільшенням концентрації і глибини проникнення вуглецю і кисню, а це приводить до формування дрібнодисперсних карбідів та оксикарбідів, які зміцнюють поверхневі шари і сповільнюють процеси окислення під час випробувань. Для зняття внутрішніх напруг, викликаних імплантацією міді і нікелю та опроміненням НСЕП, і одержання більш однорідної структури зразки Ti-V-Al піддавалися відпалу в печі при температурі 580°C протягом 1.5 год. Такий вплив привів до збільшення втомної міцності на 90 % порівняно з вихідними зразками.

Рис. 5. Залежність виносу матеріалу від часу тертя сталеві 100Cr6 кульки по поверхні зразка зі сплаву Ti-V-Al:

- 1 – вихідний стан;
- 2 – після імплантації Cu^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) і Ni^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$);
- 3 – після імплантації Cu^+ (доза $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) і Ni^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$);
- 4 – після імплантації Cu^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), Ni^+ (доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) та опромінення НСЕП.

Таким чином, подвійна імплантація іонів міді і нікелю привела до поліпшення щонайменше чотирьох характеристик: зносостійкості, мікротвердості, коефіцієнта тертя і втомної міцності.

ВИСНОВКИ

1. Опромінення іонними та електронними пучками приводить до таких змін морфології поверхні:- В результаті подвійної імплантації іонів міді та нікелю шорсткість поверхні за рахунок розпилення зменшується до 50 нм порівняно з вихідним станом (100 нм). Розраховане значення товщини розпиленого шару складає 47 нм.

- Після опромінення електронним пучком вихідних зразків на поверхні формуються пластинки мартенситних α' - та α'' -фаз титану довжиною 1-5 мкм.

- Імплантація іонів міді та подальша обробка НСЕП приводять до утворення на поверхні кратерів розміром (3.5-4.5) мкм та гострокінцевих виступів у вигляді конусів та пірамід. Основним механізмом виносу матеріалу є ерозійно-вибуховий механізм. Шорсткість поверхні збільшується до $\sim (400-450)$ нм.

- У результаті комбінованої обробки (подвійна іонна імплантація з опроміненням електронним пучком) на поверхні утворюються кратери розміром ~ 5 мкм. Шорсткість поверхні складає $\sim (200-250)$ нм.

2. Дослідження елементного складу показали, що:

- У результаті імплантації в поверхневий шар сплаву Ti-V-Al проникають як легувальні (мідь і нікель), так і супутні (кисень і вуглець) елементи, причому їх концентрація залежить від дози імплантації.

- Послідовність і доза імплантації впливають на концентраційні профілі імплантованих елементів, що пов'язано з різними атомними радіусами і масою іонів міді і нікелю.

- Обробка НСЕП приводить до перерозподілу елементів у приповерхневому шарі, до збільшення максимальної глибини проникнення кисню до 2500 нм і вуглецю до 3000 нм.

3. Подвійна імплантація Cu і Ni викликала збільшення кількості зерен із кристалами пакетного мартенситу, зменшення кількості зерен із дислокаційною субструктурою, збільшення скалярної густини дислокацій до $1.5 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ і кута азимутальної розорієнтації від $\Delta\alpha=5.3^\circ$ (у вихідному стані) до $\Delta\alpha=6.5^\circ$ (після подвійної імплантації міді ($D=2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$) і нікелю ($D=5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$)), сегрегації твердого розчину поверхневого шару сплаву.

4. Обробка НСЕП приводить до здрібнення зернистої структури (середній розмір зерен складає 0.3 мкм), до збільшення скалярної густини дислокацій до $2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ і розорієнтації мікрообластей до 7.5° , до утворення нанодисперсних виділень Ti_2Cu (ГЦК-решітка з параметром $a=1.132 \pm 0.021$ нм) і Ti_2Ni (ГЦК-решітка з параметром $a=1.130 \pm 0.006$ нм) на поверхні.

5. Опромінення сплаву Ti-V-Al іонними та електронними пучками привело до поліпшення таких фізико-механічних властивостей: мікротвердості, коефіцієнта тертя, зносостійкості, втомної міцності.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ

1. Бахарев О.Г., Погребняк А.Д., **Базыль Е.А.**, Соколов С.В. Исследование эффекта дальнего действия при высокодозной ионной имплантации в металлы // Металлофиз. новейшие технол. – 1999. – Т. 21, №8. – С. 61-70.

2. **Базыль Е.А.**, Погребняк А.Д., Соколов С.В., Свириденко Н.В. Процессы карбидообразования в сплавах молибдена и титана при высокодозовой ионной имплантации // ФХОМ. – 2000. - №1. – С. 17-26.

3. 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.

4. Погребняк О.Д., Кобзев А.П., Гриценко Б.П., Соколов С.В., **Базиль О.О.**, Свириденко М.В., Валяев О.Н. Зміни механічних властивостей сплаву Ti-V-Al після іонної імплантації Cu і Ni та обробки сильнострумовим електронним пучком // Укр. фіз. журн. – 2000. – Т.45, №6. – С. 711-716.

5. Погребняк А.Д., **Базиль Е.А.** Применение двойной имплантации (Cu+Ni), (Fe+Zr) и обработки НСЭП для модификации свойств сплава Ti-V-Al // Сборник докладов IV Международного симпозиума "Вакуумные технологии и оборудование". – Харьков: Контраст. – 2001. – С. 412-416.

6. Погребняк А.Д., **Базиль Е.А.** Влияние ионной имплантации Cu и Ni и обработки сильноточным электронным пучком на износ и усталостные характеристики сплава Ti-V-Al // Abstract Booklett III International Conf. Modification of properties of surface layers of non-semiconducting materials using particle beams. – Sumy: SSU. – 1999. – P.43.

7. Pogrebnyak A. D., Sokolov S.V., **Bazyl E.A.**, Sviridenko N.V. Effect of Fe and Zr ion implantation and high-current electron irradiation treatment on chemical and mechanical properties of Ti-V-Al alloy // Abstracts VII International Conf. on Plasma Surface Engineering. – Garmich-Partenkirchen (FRG). – 2000. – P. 223.

8. **Базиль О.О.** Мікротвердість сплаву Ti-V-Al після опромінення іонними та електронними пучками // Тезиси докладов науково-технічної конференції преподавателей, сотрудников, аспирантов и студентов физико-технического факультета Сумского государственного университета. Сумы: СумГУ. – 2001. – С. 63-64.

АНОТАЦІЯ

Базиль О.О. Вплив іонної імплантації та електронного опромінення на кристалічну структуру і властивості сплаву Ti-V-Al. – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 - фізика твердого тіла. – Сумський державний університет, Суми-2001.

Дисертація присвячена встановленню закономірностей впливу іонних та електронних пучків на зміну структури, фазового та елементного складу, морфологію поверхні і фізико-механічні властивості сплаву Ti-V-Al. Структурно-фазові перетворення в приповерхневому шарі після опромінення іонними та електронними пучками вплинули на мікротвердість, знос, коефіцієнт тертя та втомну міцність сплаву Ti-V-Al. Основні результати роботи розширюють уявлення про фізичні процеси та структурно-фазові перетворення в титанових сплавах після опромінення пучками заряджених частинок і можуть бути використані в різних галузях промисловості для поліпшення властивостей металів.

Ключові слова: імплантація, електронний пучок, розпилення, структура, властивості.

АННОТАЦИЯ

Базыль Е.А. Влияние ионной имплантации и электронного облучения на кристаллическую структуру и свойства сплава Ti-V-Al. – Рукопись.

Диссертация на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 - физика твёрдого тела. – Сумский государственный университет, Сумы-2001.

Развитие ракетно-космической и авиационной техники, судостроения, химической промышленности предъявляет всё большие требования к конструкционным материалам. В связи с этим при выборе материалов для оборудования необходимо руководствоваться высокой коррозионной стойкостью, коррозионно-механической прочностью, жаростойкостью, износостойкостью и т.д. Этим требованиям отвечают титановые сплавы. Однако износостойкость, жаростойкость, сопротивление солевой коррозии этих сплавов при повышенных температурах не удовлетворяет требованиям, предъявляемым промышленностью. Для улучшения физических и механических характеристик материалов используют ионную имплантацию и облучение электронным пучком.

Диссертация посвящена установлению закономерностей воздействия ионных и электронных пучков на изменения структуры, фазового и элементного состава, морфологию поверхности и физико-механические свойства сплава Ti-V-Al.

Исследование морфологии поверхности показали, что шероховатость поверхности в исходном состоянии составляет 100 нм. После двойной имплантации меди и никеля за счёт распыления шероховатость уменьшилась до 50 нм. Толщина распыленного слоя составляет 32 нм. После комбинированной обработки шероховатость увеличилась до ~ (200-250) нм. Элементный анализ показал, что в результате имплантации в поверхностный слой внедряются как имплантированные (медь и никель), так и сопутствующие (кислород и углерод) элементы, причём их концентрация зависит от дозы имплантации. Имплантация ионов Cu^+ и Ni^+ вызвала увеличение количества зёрен с кристаллами пакетного мартенсита и скалярной плотности дислокаций до $1.5 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и уменьшение количества зёрен с дислокационной субструктурой. Последующее облучение электронным пучком привело к резкому увеличению глубины проникновения кислорода до 2.5 мкм и углерода до 3 мкм, выделению частиц Ti_2Cu (ГЦК-решётка, параметр решётки $a=1.132 \pm 0.021$ нм) и Ti_2Ni (ГЦК-решётка, параметр решётки $a=1.130 \pm 0.006$ нм) на поверхности. Структурно-фазовые превращения в приповерхностном слое после облучения ионными и электронными пучками повлияли на микротвёрдость, износ, коэффициент трения и усталостную прочность сплава Ti-V-Al. Основные результаты работы расширяют представления о физических процессах и структурно-фазовых преобразованиях в титановых сплавах после облучения пучками

заряженных частиц и могут быть использованы в различных отраслях промышленности для улучшения свойств металлов.

Ключевые слова: имплантация, электронный пучок, распыление, структура, свойства.

ABSTRACT

Bazyl E.A. – Manuscript. Effect of ion implantation and electron irradiation on crystal structure and properties of Ti-V-Al alloy.

The thesis (manuscript) for the obtaining of the scientific degree of the candidate of science in the physics and mathematics corresponding to the specialty 01.04.07 – physic state solid. – Sumy State University, Sumy – 2001.

The thesis is devoted to determination of regularities of influence ion and electron beams on structure and phases changes, element composition, surface morphology, physical and mechanical properties of Ti-V-Al alloy. The structure and phases transformations into near surface layer after ion and electron beams irradiation influenced on microhardness, wear, coefficient of friction and fatigue strength of Ti-V-Al alloy. The main results of work extend the introduction about physical processes and structure and phases changes into titanium alloys, irradiated by charge particles beams and could be used in the various branches of industry for improvement of metal properties.

Key words: implantation, electron beam, scattering, structure, properties.

Підп. до друку Формат 60×90.16. Папір друк.
21.05.2001.

Умовн. друк. арк. 1.0. Облік вид. арк. 1.0.

Наклад 100 прим. Замовлення №

Видавництво Сумського державного університету.

"Ризоцентр" СумДУ, 40007, м. Суми,

вул. Римського-Корсакова, 2.