

05;10;12

## **Изменение свойств титанового сплава ВТ-23, вызванное имплантацией ионов железа и циркония и последующим воздействием низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком**

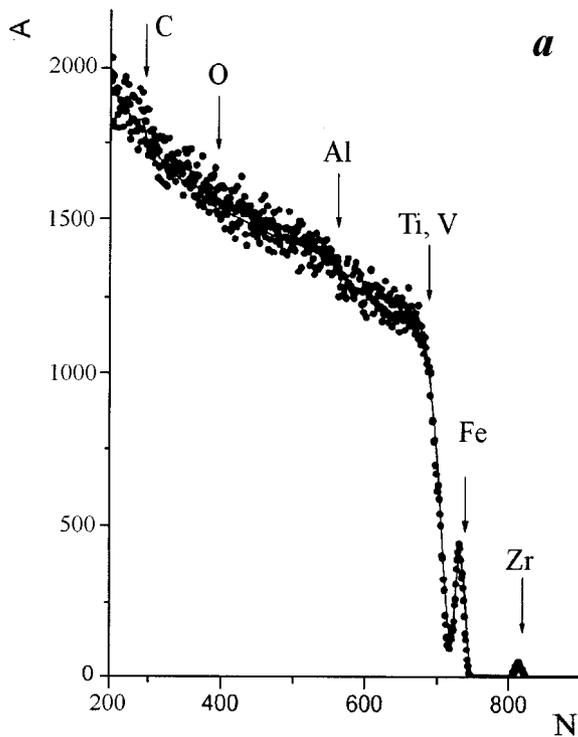
© Е.А. Базыль, А.Д. Погребняк, Б.П. Гриценко, С.В. Соколов,  
В.В. Стайко, Н.В. Свириденко, С.Н. Братушка

Сумский государственный университет, Украина

Поступило в Редакцию 13 апреля 1999 г.

С помощью атомно-физических методов, атомно-силового микроскопа, тестов на микротвердость, износостойкость и коэффициент трения были исследованы образцы  $Ti_{41}-V_{41}-Al_{18}$ , имплантированные ионами железа (60 кВ) и циркония (40 кВ), а затем облученные сильноточным электронным пучком (СЭП) с потоком энергии 2.7 и 5.5 J/cm<sup>2</sup>. Максимальная концентрация ионов железа составляет 16.5 at.% на глубине 85 nm, а ионов циркония — 0.85 at.% на глубине 56 nm. После двойной имплантации уменьшается коэффициент трения и увеличивается износостойкость. После имплантации и обработки сильноточным электронным пучком возрастают глубина упрочненного слоя и износостойкость.

Перспективными методами обработки поверхности деталей из жаропрочных материалов, эксплуатируемых при высоких циклических нагрузках, повышенных температурах, абразивном износе и т.д. являются ионная имплантация [1–5] и обработка сильноточными электронными пучками [6–11]. С их помощью удастся существенно повысить такие характеристики изделий из сталей, титановых сплавов и других, как предел усталости, жаростойкости, сопротивление солевой коррозии, электроэрозионной стойкости и т.д. [1,5,10,11]. В основном для этих целей использовали раздельно ионную имплантацию [12], обработку сильноточным электронным пучком [11] или облучение мощным ионным пучком [10]. Следует отметить, что значительное число работ посвящено ионной имплантации титановых сплавов [1,5,10,11], а также обработке сильноточным электронным пучком, однако двойная



**Рис. 1.** *a* — энергетический спектр ROP, полученный при использовании  $\text{He}^{+4}$  с энергией 2.430 MeV для образца Ti-V-Al после имплантации ионов железа (60 kV) дозой  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  и ионов циркония (40 kV) дозой  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ; *b* — энергетический спектр, полученный методом упругого резонанса протонов с  $E_p = 1.744 \text{ MeV}$  для определения концентрации углерода. *N* — номер канала; *A* — выход.

имплантация ионов железа и циркония с последующей обработкой сверхточным электронным пучком используется только в этой работе. Целью настоящего сообщения явилось экспериментальное исследование физико-механических свойств  $\text{Ti}_{41} - \text{V}_{41} - \text{Al}_{18}$  после двойной обработки типа "дуплекс" [9] (имплантация ионов железа, циркония и облучение низкоэнергетическим сверхточным пучком электронов).

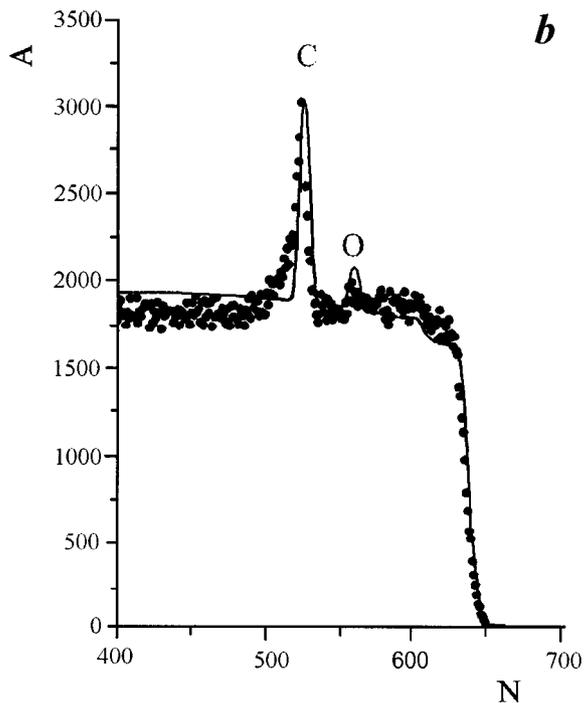


Рис. 1 (продолжение).

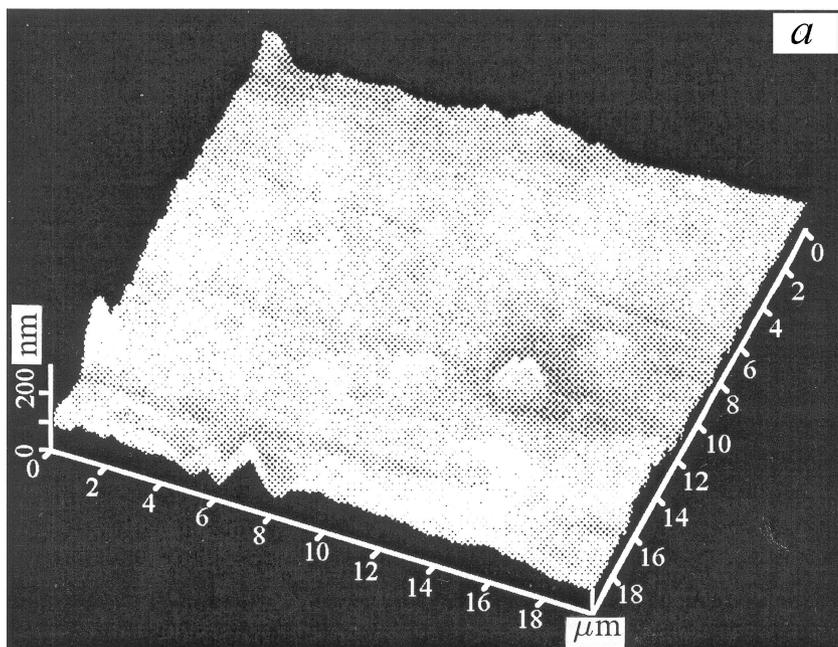
В качестве объектов исследований были использованы образцы титанового сплава ВТ-23 размером  $22 \times 18 \times 2$  mm с полированной поверхностью. Имплантацию ионов проводили на вакуумно-дуговом имплантере "Диана-4" с напряжением  $E = 60$  kV для ионов железа и  $E = 40$  kV для ионов циркония, длительностью импульса около  $200 \mu\text{s}$  и частотой следования импульсов 50 Hz. Облучение низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком осуществляли на ускорителе "Надежда-2" с параметрами пучка:  $E_{at} = 10 - 20$  keV,  $j = 10^2 - 2 \cdot 10^3$  A/cm<sup>2</sup>, длительностью импульса от 2 до  $4 \mu\text{s}$ , в вакууме  $10^{-5}$  Torr. Анализ концентрационных профилей ионов железа, циркония выполняли с

Параметры имплантации и облучения электронным пучком титанового сплава  $Ti_{41}-V_{41}-Al_{18}$  (длительность облучения  $200 \mu s$ , 1 импульс)

№	Доза, $cm^2$		$E, kV$		Плотность ионного тока, $mA/cm^2$	Плотность энергии $W, J/cm^2$	$E_{at}, keV$	$\tau_{pulse}, \mu s$
	Fe	Zr	Fe	Zr				
1	$8 \cdot 10^{16}$	$5 \cdot 10^{16}$	60	40	1.8	2.7	10–15	4
2	$1 \cdot 10^{17}$	$5 \cdot 10^{16}$	60	40	2.2	5	10–18	4
3	$5 \cdot 10^{17}$	$5 \cdot 10^{16}$	60	40	3.5	5	10–20	2.5

помощью резерфордского обратного рассеяния ионов гелия (РОР) с энергией 2 MeV. Профили концентраций углерода и кислорода получали с помощью упругого резонанса протонов (1.744 MeV), упругого резонанса реакции  $^{16}O(^4He, ^4He)^{16}O$  с энергией около 3.045 MeV. Для измерения неоднородностей поверхности, возникающих в результате обработки низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком и ионной имплантации, использовали атомно-силовой микроскоп (АСМ). Для определения износостойкости использовали тест на истирание (схема "шарик-диск") с частотой 7.2 Hz и нагрузкой 2.2 N. Более подробно описание приводится в работе [3]. Для измерения микротвердости использовали наноиндентор с пирамидкой Кнуппа при нагрузке 100 g.

Все режимы имплантации и параметры облучения представлены в таблице. На рис. 1, *a* приведен один из спектров РОР, измеренный для образца  $Ti_{41}-V_{41}-Al_{18}$ , имплантированного ионами железа и циркония. С правой стороны на спектре отчетливо виден пик железа и пик циркония. Дополнительный анализ, проведенный с помощью упругого резонанса ядерных реакций, упругого резонанса протонов, позволил получить профили атомов кислорода и углерода в поверхностном слое (рис. 1, *b*). Как известно, в процессе высокодозной интенсивной имплантации (в импульсном режиме) с увеличением атомного номера и атомной массы имплантированного иона сильно повышается процесс распыления поверхности [1,2]. В результате имплантации (падающая доза ионов железа  $5 \cdot 10^{17} cm^{-2}$ ) максимальная концентрация железа составляет всего 16.5 at.%, а циркония — около 0.85 at.% (падающая доза ионов циркония  $5 \cdot 10^{16} cm^{-2}$ ). Наряду с имплантированной



**Рис. 2.** *a* — изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа поверхности образца  $Ti_{41}-V_{41}-Al_{18}$  после имплантации ионов железа дозой  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  и ионов циркония дозой  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  и последующего воздействия низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком с потоком энергии  $5.5 \text{ J/cm}^2$ ,  $\tau = 2.5 \mu\text{s}$ ,  $E = 10 \div 20 \text{ keV}$ ; *b* — зависимости износа материала от времени в результате трения стального 100 Cr6 шарика по поверхности образцов  $Ti_{41}-V_{41}-Al_{18}$ : 1 — исходное состояние; 2 — после имплантации ионов железа дозой  $1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  и ионов циркония дозой  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ; 3 — после имплантации ионов железа дозой  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  и ионов циркония дозой  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .  $U$  — унос материала.

примесь в поверхностном слое из остаточной атмосферы камеры имплантера внедряются и атомы углерода, максимальная концентрация которых составляет около 36 at.%. Концентрация атомов кислорода уменьшается, так как окисная пленка является защитным экраном для

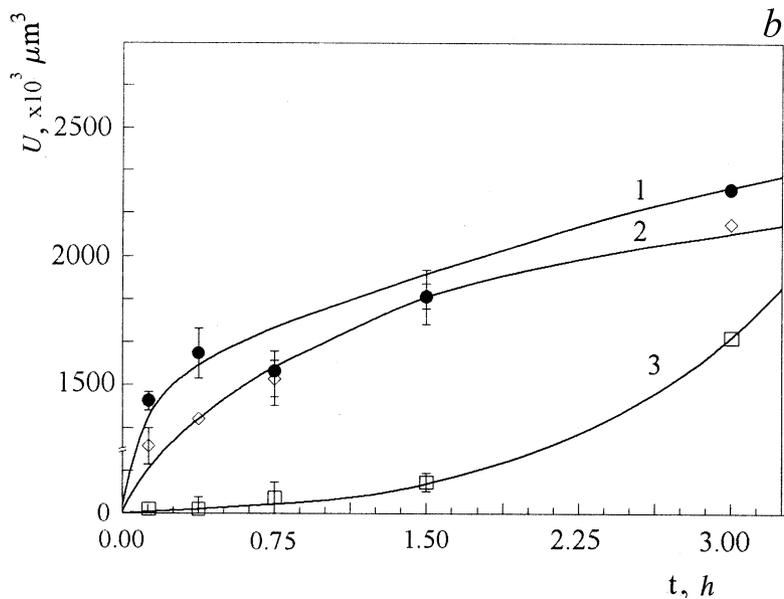


Рис. 2 (продолжение).

проникновения углерода в глубь поверхностного слоя и для распыления материала подложки. Например, при имплантации ионов железа дозой  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  вблизи поверхности (около 30 nm) имеется около 2.5 at.% кислорода, а уже при дозе  $1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  на той же глубине — около 1.4 at.%. Облучение низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком образцов Ti-V-Al после имплантации железа и циркония с потоком энергии  $5.5 \text{ J/cm}^2$  приводит к плавлению поверхностного слоя толщиной до  $3.5 \mu\text{m}$  [8,10] и частичному испарению поверхностного слоя в несколько десятков нанометров. В результате такого воздействия размер неоднородностей увеличивается до 200–220 nm (рис. 2, a), в поверхностном слое происходит перераспределение железа и циркония (т.е. пиковая концентрация их уменьшается), а концентрация углерода и кислорода на больших глубинах (почти до 400 nm) увеличивается.

Измерение износостойкости образцов при трении без смазки после двойной имплантации (рис. 2, *b*, кривая 2) показывает небольшое уменьшение износа. Однако после обработки низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком износостойкость резко возрастает (кривая 3), несмотря на увеличение шероховатости поверхности. Тест на измерение коэффициента трения показал, что после двойной имплантации (доза ионов железа  $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  и ионов циркония  $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) величина коэффициента трения уменьшается более чем в 1.8 раз. После обработки низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком коэффициент трения возрастает, однако он меньше, чем в исходном состоянии. Измерение микротвердости с помощью наноиндентора (нагрузка 100 г) показало увеличение микротвердости до 7 GPa на глубине 180 nm, которая превышает глубину пробега ионов в 2 раза. Последующая обработка низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком ( $5.5 \text{ J/cm}^2$ ) приводит к еще большему увеличению твердости (почти до 9 GPa), а глубина упрочненного слоя увеличивается по крайней мере до 500 nm. Однако максимум микротвердости смещается в глубину упрочненного слоя. Можно предположить, что двойная имплантация ионов железа и циркония приводит к образованию Fe-Ti-C, формирование которой приводит к уменьшению коэффициента трения и увеличению износостойкости [13–15]. Как было показано в этих работах, имплантация Ti и Ti + C в железо и стали приводит к образованию карбидов  $\text{Ti}_2\text{C}$ , TiC и фазы  $\text{Fe}_2\text{Ti}$ , склонной к аморфизации.

Таким образом, в результате имплантации ионов железа и циркония улучшаются служебные характеристики титанового сплава ВТ-23, такие как износостойкость, коэффициент трения и твердость. Последующая обработка низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком с потоком энергии  $5.5 \text{ J/cm}^2$  приводит к увеличению как глубины упрочненного слоя, так и коэффициента трения.

Работа частично финансирована Министерством по науке и технике Украины (проект "Радуга" 7.5.4/73-93; 005K/95) и Департаментом электрической техники Нагаокского университета технологий, Нагаока, Япония.

Авторы благодарны проф. К. Яцуи и А.П. Кобзеву за помощь в проведении экспериментов.

## Список литературы

- [1] Хирвонен Дж.К. Ионная имплантация в металлы. М.: Металлургия, 1985. 456 с.
- [2] Pogrebnyak A.D., Tolopa A.M. // Nucl. Instrum. and Meth. 1990. В. 52. P. 25–43.
- [3] Pogrebnyak A.D., Bakharev O.G., Martynenko A.V. et al. // Nucl. Instrum. and Meth. 1994. В. 94. P. 81–92.
- [4] Lavrentiev V.I., Pogrebnyak A.D. // Surf. and Coat. Tech. 1998. V. 99. P. 24–32.
- [5] Poate J.M., Foti G., Jacobson D.C. Surface Modification and Alloying by Laser, Ion and Elektron Beams. Plenum Press: New York and London, 1983.
- [6] Валяев А.Н., Погребняк А.Д., Плотников С.В. Радиационно-механические эффекты в твердых телах при облучении высокоинтенсивными импульсными электронными и ионными пучками. Алма-Аты: Гылым, 1998. 266 с.
- [7] Pogrebnyak A.D., Proskurovski D.I. // Phys. Stat. Sol. 1994. A. 145. P. 9–49.
- [8] Pogrebnyak A.D., Mikhailiov A.D., Pogrebnyak N.A. et al. // Phys. Letter. 1998. A. 241. P. 357–362.
- [9] Matthews A., Leyland A. // Surf and Coat. Tech. 1995. A. 71. P. 88–92.
- [10] Шулов В.А., Ремнев Г.Е., Ночевная Н.А. и др. // Письма в ЖТФ. 1991. Т. 17. В. 17. С. 38–42.
- [11] Proskurovski D.I., Rotstein V.P., Ozur G.E. et al. // J. Vac. Sci. Tech. 1998. A. 16 (4). P. 2480–2488.
- [12] Шулов В.А., Рябчиков А.И., Ночевная Н.А. и др. // Поверхность. 1993. № 6. С. 132–136.
- [13] Follstaedt D.M., Knapp J.A., Pope L.E. // Appl. Phys. Lett. 1984. V. 45. P. 529–531.
- [14] Singer I.L., Barlak T.M. // Appl. Phys. Lett. 1983. V. 43. P. 457–459.
- [15] Hirvonen J.-P., Nastasi M., Mayer J.W. // Appl. Phys. 1986. V. 60 (3). P. 980–984.