

08

Свойства поверхности титана VT1-0, модифицированной импульсным ионным пучком

© И.П. Чернов,¹ П.А. Белоглазова,¹ Е.В. Березнеева,¹ И.В. Киреева,² Н.С. Пушилина,¹ Г.Е. Ремнёв,¹ Е.Н. Степанова,¹

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050 Томск, Россия

² Сибирский физико-технический институт Национального исследовательского Томского государственного университета, 634050 Томск, Россия
e-mail: chernov@tpu.ru

(Поступило в Редакцию 24 июня 2014 г. В окончательной редакции 5 ноября 2014 г.)

Изучены физико-механические свойства модифицированной поверхности титана VT1-0 импульсным ионным пучком (ИИП) углерода длительностью 80 ns, энергией 200 keV, плотностью тока 120 A/cm² и плотностью энергии 1.92 J/cm² при четырех режимах, отличающихся разным количеством импульсов. Воздействие ИИП углерода привело к упрочнению поверхностного слоя сплава на глубину 1.8 μm, снижению скорости сорбции водорода, уменьшению размеров зерна и формированию двойников.

Введение

Сплавы на основе титана вследствие низкой плотности, хорошей биосовместимости и высокой коррозионной стойкости широко используются в медицине, судостроении, авиакосмической и химической технике. Вместе с тем эти сплавы являются гидридообразующими, проникновение водорода в объем материала приводит к понижению пластичности, трещиностойкости и, как следствие, последующему разрушению. Поэтому защита от проникновения водорода в изделия из этих сплавов является актуальной задачей. Одним из перспективных способов создания защитных покрытий являются пучковые методы [1–15], которые позволяют повысить износостойкость, прочность, коррозионную стойкость изделий. В работах [11–14] исследовалось воздействие импульсного электронного пучка (ИЭП) и ИИП углерода на свойства циркониевого сплава Zr1%Nb, в работе [15] — воздействие ИЭП на титановый сплав. Как показали исследования, в процессе облучения образуется модифицированный поверхностный слой, обладающий повышенной твердостью и износостойкостью, снижающий проницаемость водорода в объем сплава по сравнению с исходным состоянием и тем самым повышающий стойкость сплава к воздействию водорода.

В настоящей работе исследуются физико-механические свойства модифицированной поверхности технического титана VT1-0 с помощью импульсных пучков заряженных частиц. В качестве пучка использовался импульсный пучок ионов углерода, который инициирует высокоскоростной нагрев до температуры плавления материала и дополнительно внедряет атомы углерода в приповерхностную область материала.

Методика эксперимента

Для исследований были выбраны прямоугольные образцы технического титана марки VT1-0 размерами 20 × 20 × 1 mm в состоянии поставки без предварительного отжига. Модификация материала осуществлялась с помощью импульсного ускорителя ионов углерода с длительностью импульса 80 ns, энергией 200 keV, плотностью тока 120 A/cm² и плотностью энергии 1.92 J/cm². При этом исследовались четыре режима, отличающиеся разным количеством воздействия импульсов пучка углерода: режим 1 ($n = 1$), режим 2 ($n = 3$), режим 3 ($n = 4$), режим 4 ($n = 6$). Для изучения структуры титана использовали растровую и просвечивающую электронные микроскопии (Philips SEM 515 и ЭМ-125K соответственно). Структурно-фазовый состав определялся методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Shimadzu XRD 7000 (CuK_α-излучение). Нанотвердость модифицированного слоя исследовалась с помощью нанотвердомера „NanoHardnessTester“ фирмы CSEM. Насыщение образцов водородом осуществлялось на установке PCI „GasReactionController“ по методу Сиверста при температуре 820 K в течение 1 h.

Результаты и их обсуждение

Результаты исследования изменения структуры поверхности титана VT1-0 в зависимости от количества импульсов ИИП представлены на рис. 1, *a–d*. Характер рельефа поверхности образцов свидетельствует о том, что в зоне действия ионного пучка происходит нагрев материала, его плавление и частичное испарение. Видно, что поверхность неоднородна, имеет развитый рельеф, на котором отчетливо просматриваются концентрические следы от ионного пучка и микрократеры. Образова-

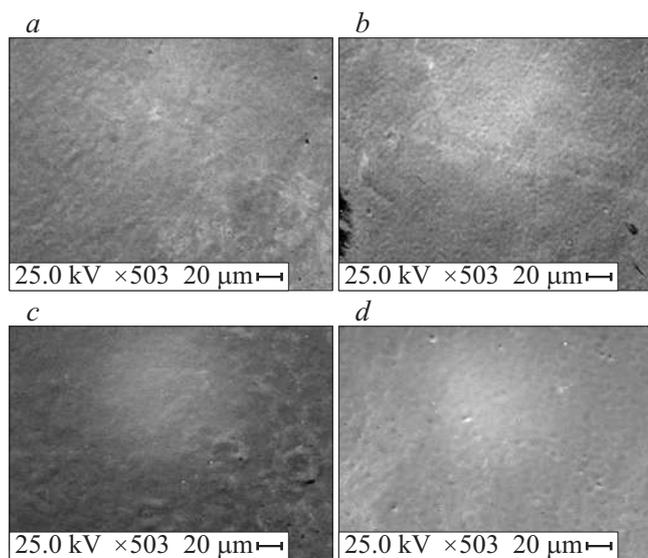


Рис. 1. Растровая электронная микроскопия титанового сплава, модифицированного ИИП углерода (*a* — исходный, *b* — воздействие 1 импульсом, *c* — 3 импульсами, *d* — 6 импульсами).

ние микрократеров обусловлено, в частности, выходом газов из приповерхностной области металла.

Исследование структуры поверхностного слоя образцов титана ВТ1-0 до и после воздействия ИИП проводилось методом просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Электронно-микроскопические исследования технического титана ВТ1-0 показали, что в исходном состоянии до воздействия ИИП углерода наблюдаются равноосные зерна со средним размером $6\text{--}8\ \mu\text{m}$. Внутри зерна содержат дислокации (рис. 2). Воздействие ИИП углерода приводит к изменению структуры поверхностного слоя титана ВТ1-0 (рис. 3 и 4). Анализ светлопольных и темнопольных изображений просвечивающей электронной микроскопии показал, что после воздействия ИИП зерна становятся неравноосной формы. Неравноосность зерен может быть связана с разной подвижностью границ зерен после воздействия ИИП углерода. Физическая причина влияния ИИП на подвижность границ зерен требует детального исследования. Размер зерен при воздействии ИИП уменьшается относительно исходного состояния, и процесс уменьшения размера зерна зависит от режимов воздействия ИИП. При воздействии ИИП по режиму 2 размер зерна уменьшается незначительно относительно исходного состояния: длина зерен находится в пределах от 2.5 до $3.5\ \mu\text{m}$, а ширина от 1.5 до $2\ \mu\text{m}$ (рис. 3). При воздействии ИИП по режиму 4 происходит существенное уменьшение размера зерна относительно исходного состояния: длина зерен находится в пределах от 1 до $1.8\ \mu\text{m}$, а ширина от 0.4 до $0.8\ \mu\text{m}$ (рис. 4, *a, b*). Электронно-микроскопические исследования дифракционных картин и темнопольных изображений показывают, что после воздействия как

по режиму 2, так и по режиму 4 в зернах наблюдаются двойники. Дифракционный анализ показывает, что двойники развиваются по плоскостям $(\bar{1}2\bar{1}0)$. При воздействии ИИП по режиму 2 длина двойников составляет $2.5\text{--}3.5\ \mu\text{m}$, ширина $0.08\text{--}0.12\ \mu\text{m}$ (рис. 3), а по режиму 4 длина двойников становится $0.4\text{--}0.8\ \mu\text{m}$, ширина $0.04\text{--}0.06\ \mu\text{m}$ (рис. 4, *a-c*).

Уменьшение размера зерна при воздействии ИИП, в первую очередь, связано с рекристаллизацией титана после высокоскоростного нагрева и охлаждения. В процессе рекристаллизации быстрое охлаждение от температуры, равной температуре плавления титана ВТ1-0, приводит к появлению внутренних полей напряжений в новых зернах, и двойники, которые занимают почти весь объем зерна после первого импульса пучка углерода, по-видимому, есть результат релаксации этих внутренних напряжений. После первого импульса образец представляет собой композит, состоящий из модифицированного слоя глубиной $1.8\ \mu\text{m}$ и оставшегося нерасплавленного исходного слоя, который может выполнять роль подложки и запоминать структуру вследствие эффекта дальнего действия. Следовательно, с увеличением числа импульсов ИИП (режим 4) уменьшение размера зерна

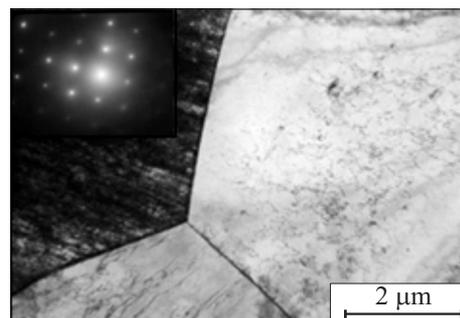


Рис. 2. Трансмиссионная электронная микроскопия поверхности исходного сплава ВТ1-0.



Рис. 3. Трансмиссионная электронная микроскопия поверхности сплава ВТ1-0 после воздействия 3 импульсами.

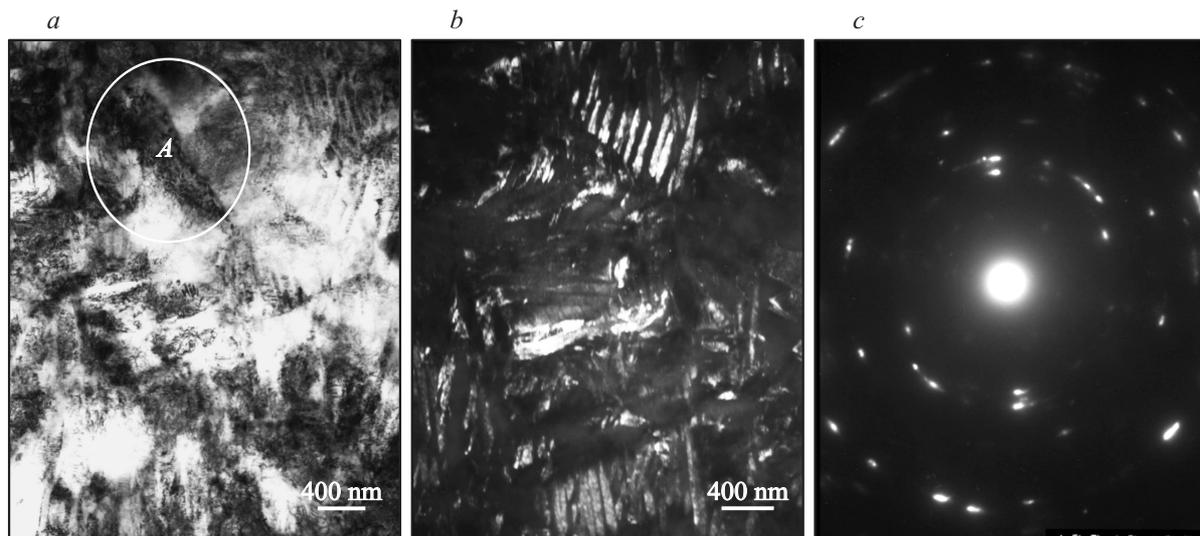


Рис. 4. Трансмиссионная электронная микроскопия поверхностного слоя титанового сплава VT-1 после воздействия 6-ю импульсами: *a* — светлое поле, *b* — темное поле, *c* — микродифракционная картина от выделенной области А.

Таблица 1. Фазовый состав титана VT1-0 после воздействия ИИП

Образцы	Фаза	Содержание фаз, vol.%	Параметры решетки, Å
VT1-0 исходный	Ti	100	$a = 2.9489,$ $c = 4.6747$
VT1-0 ИИП, режим 1	Ti	100	$a = 2.9470,$ $c = 4.6868$
VT1-0 ИИП, режим 3	Ti	97	$a = 9426,$ $c = 4.6709$
	C	3	$a = 4.6040$
VT1-0, режим 4	Ti	97	$a = 2.9406,$ $c = 4.6670$
	C	3	$a = 4.6021$

может быть связано с двумя процессами: рекристаллизацией и двойниками. Уменьшение размера зерна титанового сплава при двойниковании наблюдали после низкотемпературной деформации в [16]. Обнаружение двойников в титановом сплаве после воздействия ИИП углерода не противоречит ранее полученным данным по двойникованию в ГПУ-сплавах. Известно [17], что в ГПУ-сплавах склонность к деформации двойникованием определяется малой величиной отношения c/a по сравнению с ОЦК- и ГЦК-сплавами. После воздействия ИИП углерода по режимам 2 и 4, как показывают рентгеновские исследования, отношение $c/a = 1.587$ незначительно превышает величину $c/a = 1.585$ в титане до воздействия ИИП (табл. 1).

Фазовый состав технического титана VT1-0 после различных режимов воздействия ИИП получен с использованием рентгеноструктурного анализа и представлен

в табл. 1. Анализ рентгенограмм показал, что в титане VT1-0 в исходном состоянии во всем интервале углов отражения проявляются линии α -фазы Ti с гексагональной решеткой (таблица 1). Внедрение атомов углерода приводит к искажению решетки титана. При воздействии одного импульса (режим 1) атомы углерода не проявляются. Увеличение количества импульсов (режимы 3, 4) приводит к образованию фазы углерода с кубической решеткой.

Исследования механических свойств модифицированных поверхностных слоев технического титана осуществлялись с помощью метода наноиндентирования. Величина нагрузки при измерениях составляла от 5 до 300 mN. На рис. 5 представлены результаты измерения нанотвердости титана в зависимости от глубины проникновения индентора. Установлено, что модифицирование поверхности приводит к увеличению

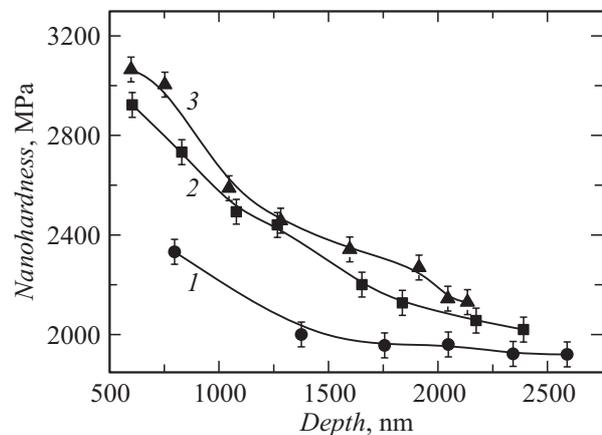


Рис. 5. Нанотвердость титанового сплава в зависимости от глубины образца до и после воздействия ИИП углерода.

твердости образцов, при этом толщина упрочненного слоя составляет $\sim 2 \mu\text{m}$. Упрочнение титана при воздействии ИИП обусловлено, в первую очередь, структурно-фазовыми изменениями в поверхностных слоях материала в результате высокоскоростного нагрева до температур плавления и охлаждения в процессе облучения импульсным пучком. Образование двойников и внедренных атомов углерода при воздействии ИИП углерода вносит свой вклад в повышение нанотвердости технического титана ВТ1-0.

Для оценки водородостойкости исходных и модифицированных ИИП образцов была изучена скорость сорбции водорода в процессе насыщения из газовой среды. На рис. 6 представлены кинетические кривые давления в камере измерений при сорбции водорода исходными и модифицированными ИИП образцами. Уменьшение давления в измерительной камере свидетельствует о процессе поглощения водорода материалами. Наклон кинетических кривых характеризует интенсивность процесса наводороживания. Исследования показали, что скорость сорбции водорода в исходном титане составляет $\sim 0.1 \text{ cm}^3\text{H}^2/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$, после воздействия ИИП тремя импульсами углерода — $0.03 \text{ cm}^3\text{H}^2/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$ и шестью — $0.02 \text{ cm}^3\text{H}^2/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$. Таким образом, модифицированный слой позволяет снизить скорость поглощения водорода титана ВТ1-0.

Для анализа процессов, происходящих при облучении импульсным ионным пучком, в настоящей работе проводилось численное моделирование воздействия на поверхность титана. Определение теплового воздействия импульсного ионного пучка на материал сводится к решению одномерного нестационарного уравнения теплопроводности с внутренним источником теплоты [18]. Результаты расчетов температурных полей при облучении ИИП углерода с длительностью импульса 80 ns,

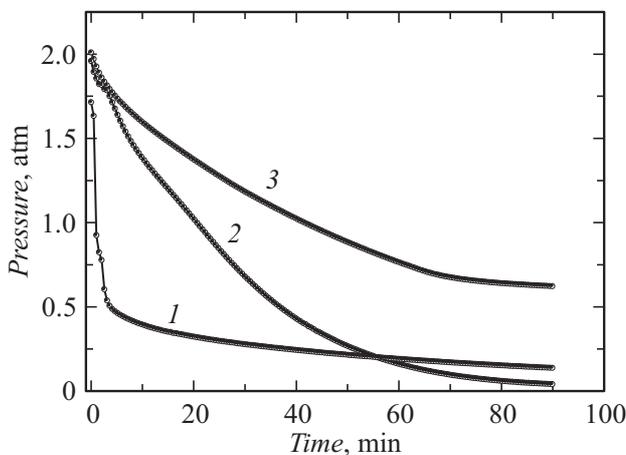


Рис. 6. Кинетические кривые давления в камере измерений при сорбции водорода образцами, модифицированными ИИП углерода: 1 — исходный материал, 2 — воздействие 1 импульсом, 3 — воздействие 6 импульсами.

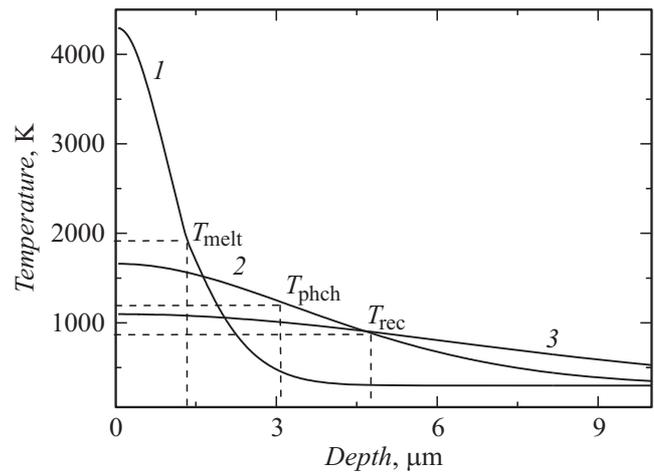


Рис. 7. Распределение температуры разогрева по глубине титанового сплава ВТ1-0 в процессе воздействия ИИП углерода в разные моменты времени: 1, 2, 3 — через 0.125, 1 и 2.5 μs с момента начала облучения (T_{melt} — температура плавления $\sim 1941 \text{ K}$, T_{phch} — температура фазовых переходов $\sim 1173 \text{ K}$, T_{rec} — температура рекристаллизации $\sim 1023 \text{ K}$).

Таблица 2. Распределение температуры разогрева по глубине мишени в разные моменты времени

t	$T_{\text{surf}}, \text{K}$	r_{use}, m	r_{se}, m
80 ns	4297	$1.220 \cdot 10^{-8}$	$1.249 \cdot 10^{-6}$
1 μs	1660	$1.291 \cdot 10^{-8}$	$1.490 \cdot 10^{-6}$
2.5 μs	1097	$1.293 \cdot 10^{-8}$	$1.573 \cdot 10^{-6}$

энергией 200 keV, плотностью тока 120 A/cm² и плотностью энергии 1.92 J/cm² представлены на рис. 7 и в табл. 2. Согласно расчетам, температура на поверхности титана к моменту окончания действия импульса достигает значений, превышающих температуру его плавления ($T_{\text{melt}} = 1941 \text{ K}$), фазовых переходов ($T_{\text{phch}} = 1173 \text{ K}$), рекристаллизации ($T_{\text{rec}} = 1023 \text{ K}$), и составляет 4297 K. При этом глубина расплавленного слоя (r_{se}) составляет 1.249 μm .

Как видно из результатов (табл. 2 и рис. 7), титановая мишень не успевает остыть в течение 2.5 μs с момента начала облучения (длительность импульса 80 ns), на данном этапе температура поверхностного слоя составляет 1097 K, однако при этой температуре в титане уже не происходит структурно-фазовых изменений. На момент 2.5 μs толщина модифицированного слоя составляет $1.573 \cdot 10^{-6} \text{ m}$. Наряду с расчетом тепловых полей проводилась оценка кинетики испарения вещества с поверхности титана. Полученные значения толщины испарившегося слоя (r_{use}) составляют сотые доли нанометра, что пренебрежимо мало по сравнению с глубиной проплавления (табл. 2).

Заключение

Экспериментально установлено, что воздействие импульсным пучком ионов углерода с длительностью импульса 80 ns, энергией 200 keV, плотностью тока 120 А/см², плотностью энергии 1.92 Дж/см² приводит к упрочнению поверхностного слоя технического титана на глубину ~ 2 мкм, уменьшению размеров зерна и формированию двойников в структуре образцов, а так же к снижению скорости поглощения водорода титана VT1-0.

Численные расчеты распределения температуры разогрева по глубине мишени в разные моменты времени воздействия ИИП свидетельствуют, что модифицирование поверхностного слоя под действием ИИП с указанными выше параметрами обусловлено образованием жидкой фазы и ее последующим быстрым затвердеванием и рекристаллизацией. Физико-механические свойства модифицированного слоя, изученные в настоящей работе, подтверждают этот вывод.

Список литературы

- [1] Ремнев Г.Е. // Изв. Том. политех. ун-та. 2000. Т. 303. Вып. 2. С. 59–70.
- [2] Ворогушин М.Ф., Глухих В.А., Манукян Г.Ш., Карпов Д.А., Свинын М.П., Энгелько В.И., Яценко Б.П. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 2002. № 3. С. 101–109.
- [3] Иванов Ю.Ф., Целлермаер И.Б., Ротштейн В.П., Громов В.Е. // Физическая мезомеханика. 2006. Т. 9. № 5. С. 107–114.
- [4] Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Коновалов С.В., Коваль Н.Н., Громов В.Е. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 12. С. 10–16.
- [5] Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. // Известия вузов. Физика. 2008. № 5. С. 60–70.
- [6] Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B., Proskurovsky D.I., Karlik K.V., Oskomov K.V., Uglov B.V., Kuleshov A.K., Novitskaya M.V., Dub S.N., Pauleau Y., Shulepov I.A. // Surf. Coat. Technol. 2006. N 22. P. 6378–6383.
- [7] Gao B., Hao S., Zou J., Wu W., Dong C. // Surf. Coat. Technol. 2007. Vol. 201. P. 6297–6303.
- [8] Grosdidier T., Zou J.X., Stein N., Boulanger C., Haoc S.Z., Dong C. // Scrip. Mater. 2008. Vol. 58. P. 1058–1061.
- [9] Блейхер Г.А., Кривобоков В.П., Степанова О.М. // Изв. вузов. Физика. 2007. Т. 50. № 5. С. 31–36.
- [10] Степанова О.М., Кривобоков В.П. // Изв. вузов. Физика. 2009. Т. 52. № 11/2. С. 186–191.
- [11] Чернов И.П., Иванова С.В., Крёнинг Х.М., Коваль Н.Н., Ларионов В.В., Лидер А.М., Пушилина Н.С., Степанова Е.Н., Степанова О.М., Черданцев Ю.П. // ЖТФ. 2012. Т. 82. Вып. 3. С. 81.
- [12] Пушилина Н.С., Чернов И.П. // Изв. вузов. Физика. 2011. Т. 54. № 11/2. С. 176–180.
- [13] Chernov I.P., Chernova E.V., Pushilina N.S., Berezneev D.V., Lider A.M., Kryoning K.V. // Appl. Mech. Mat. 2013. Vol. 302. P. 82–85.
- [14] Чернов И.П., Березнеева Е.В., Белоглазова П.А., Иванова С.В., Киреева И.В., Ремнёв Г.Е., Пушилина Н.С., Лидер А.М., Черданцев Ю.П. // ЖТФ. 2014. Т. 84. Вып. 4. С. 68–72.
- [15] Panin A.V., Kazachenok M.S., Kretovaet O.M. et al. // Appl. Surf. Sci. 2013. Vol. 284. P. 750–756.
- [16] Москаленко В.А., Бетехтин В.И., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Смирнов А.Р., Смолянец Р.В., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2014. Т. 56. Вып. 8. С. 1539–1545.
- [17] Келли А., Гровс Г. // Кристаллография и дефекты в кристаллах. М.: Изд-во Мир, 1974. С. 496.
- [18] Блейхер Г.А., Кривобоков В.П., Пащенко О.В. // Тепломасоперенос в твердом теле под действием мощных пучков заряженных частиц. Новосибирск: Наука, 1999. С. 176.