

УДК 669.24:539.25

МОДИФИКАЦИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ МЕЛКОЗЕРНИСТОГО ТИТАНА В УСЛОВИЯХ ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ

© 2012 г. И. А. Курзина^{1, 2}, Э. В. Козлов¹, Н. А. Попова¹, М. П. Калашников³,
Е. Л. Никоненко¹, К. П. Савкин⁴, Е. М. Окс⁴, Ю. П. Шаркеев³

E-mail: kurzina99@mail.ru

Представлены результаты количественного исследования структурно-фазового состояния титана в мелкозернистом состоянии до и после имплантации ионами алюминия. В материале выделено два типа зерен α -Ti, различающихся по фазовому составу, дефектной структуре и размерам: мелкие зерна в интервале 0.1–0.5 мкм и крупные зерна в интервале 0.5–5 мкм. Установлено присутствие в материале двух типов частиц TiO_2 : частицы округлой формы, расположенные на дислокациях в объеме зерен α -Ti, и частицы пластинчатой формы, расположенные только внутри крупных зерен α -Ti. Формирование фазы Ti_3Al наблюдается в виде пластинчатых выделений по границам зерен и округлых частиц в тройных стыках. Обнаружено, что частицы фазы TiAl_3 выделяются с меньшей объемной долей, по сравнению с фазой Ti_3Al , и локализуются по границам крупных зерен титановой матрицы. Установлено, что в результате ионного облучения изменяются существенно зеренное состояние и дефектная структура материала: происходит значительное увеличение плотности дислокаций и внутренних полей напряжений в мелких зёрнах относительно исходного состояния титана.

ВВЕДЕНИЕ

Одним из актуальных направлений модифицирования физико-химических свойств конструкционных материалов является ионно-лучевое и ионно-плазменное воздействие на поверхность материалов. Изучение механизмов формирования вторичных фаз в металлических матрицах-мишенях в условиях имплантации металлическими ионами, особенно в ультра- и мелкозернистом состоянии, актуально. Все известные на сегодня модели фазообразования выполнены на крупнокристаллических металлах [1] или монокристаллах. Однако уменьшение размеров зерна и соответственно увеличение протяженности границ зерен и количества тройных стыков может способствовать образованию вторичных фаз и дефектов, а также появлению иногда новых недиаграммных соединений. Малоизученными остаются вопросы, связанные с выявлением роли структурного и зеренного состояния мишеней в процессах фазообразования в условиях ионной имплантации. Актуальны исследования эволюции структурно-фазового состояния, размера зерен, параметров субструктуры и стабильности кристаллической структуры металлов в мелкозернистом структур-

ном состоянии и процессов фазообразования в материале до и после ионной имплантации.

Особый интерес, с точки зрения процессов фазообразования в условиях ионного облучения, представляют металлические материалы, имеющие матричные зерна в широком интервале размеров от 100 нм до 5–6 мкм. Это связано с тем, что с изменением размера зерна изменяются дефектная структура зерна и приграничной зоны, структура границ зерен, внутренние напряжения, механизмы деформации и источники дислокаций. Основываясь на физических механизмах пластической деформации, поликристаллические агрегаты по размерам зерен можно разделить на две группы [2, 3]. Мезоуровень включает поликристаллы с размером зерна 1 мкм–10 мм и характеризуется обычным поведением по Холлу–Петчу. Переход к микроуровню (размер зерна 0.1–1 мкм) сначала приводит к высокому упрочнению поликристаллических агрегатов, а дальнейшее измельчение зерен влечет за собой, наряду с упрочнением в соответствии с уравнением Холла–Петча, зависимость параметра k от размера зерна и уменьшение зернограницного упрочнения [2–5]. Протекание многих физических процессов на мезо- и микроуровнях различно [6]. Например, наблюдается принципиальная разница в закономерностях накопления дислокаций на мезо- и микроуровнях размеров зерен: с ростом размера зерна на мезоуровне плотность дислокаций убывает, а на микроуровне – возрастает [6]. В ультрамелкозернистых поликристаллах высокая роль дислокаций и наблюдается увеличение в таких материалах роли границ зерен, тройных и чет-

¹ Томский государственный архитектурно-строительный университет.

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет.

³ Учреждение Российской академии наук Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск.

⁴ Учреждение Российской академии наук Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск.

верных стыков. На микроуровне размеров зерен большую роль начинает играть вклад в напряжение течения торможение скольжения по границам зерен. Можно предположить, что в металлических материалах, характеризующихся неоднородным зёрненным состоянием (присутствуют как мелкие зерна, соответствующие микроуровню (до 0.5 мкм), так и крупные зерна с размером 0.5–5 мкм (мезоуровень)), в условиях ионной имплантации могут протекать физические процессы (образование вторичных фаз, накопление дефектов и т.д.) по другим механизмам, отличным от материалов, однородных по размеру зерна.

В представленной работе в качестве объектов исследования были выбраны образцы титана, полученные *abc*-прессованием в сочетании с прокаткой [7, 8] и подвергнутые дополнительному отжигу. Выбор титановых материалов обусловлен перспективами их применения в технике и прежде всего в медицине [9]. В качестве имплантируемого элемента в работе был выбран алюминий, что обусловлено перспективами формирования в поверхностных слоях алюминидов титана, дополнительно способствующих улучшению физико-механических характеристик. Цель данной работы — сравнительное количественное исследование микроструктуры и фазового состава мишени титана в мелкозернистом состоянии до и после имплантации ионами алюминия.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Получение титана в мелкозернистом состоянии состояло из двух этапов. Этап I — получение субмикрокристаллического (СМК) титана *abc*-прессованием, которое проводилось со скоростью 10^{-2} с^{-1} с понижением температуры для последующего цикла прессования в интервале 400–500°C. При заданной (постоянной) температуре каждый цикл включал трехкратное одноосное прессование. При этом перед каждым последующим прессованием образец поворачивали на 90° перпендикулярно оси сжатия. Для повышения пластичности прокатанные заготовки титана отжигали при температуре 300°C в течение 1 ч. В результате такой деформационной обработки были получены заготовки титана в виде прутков в ультрамелкозернистом состоянии со средним размером структурных элементов (зерен, субзерен, фрагментов) 0.2 мкм. Этап II — заготовки СМК-титана подвергали отжигу при температуре 500°C в течение 1 ч в среде аргона, который приводил к изменению и росту среднего размера зерна титана до 4 мкм.

Модификация поверхностного состояния титановых образцов проведена на усовершенствованной версии ионного источника Mevva-5.RU [10], которая характеризуется снижением загрязнения ионного пучка продуктами эрозии катодо-

держателя и электродов системы извлечения. При этом сохраняется однородность извлекаемого ионного пучка. Экспериментальная установка состоит из трех блоков: источника ионов; вакуумной камеры, где помещаются облучаемые мишени; спектрометра, в котором проводится диагностика масс-зарядного состава ионного пучка [10, 11]. Согласно масс-зарядному спектру ионного пучка, измеренному при помощи времяпролетного спектрометра, доля ионов алюминия в ионном пучке составляет 85%. Присутствие в пучке ионов кислорода, азота и водорода на уровне нескольких единиц процентов может быть обусловлено взаимодействием пучка с элементами ионно-оптической системы. Значение среднего заряда Al, полученного усреднением по количеству ионов алюминия в пучке, составляет 1.75.

Имплантация образцов титана ионами алюминия проведена при ускоряющем напряжении 50 кВ, плотности тока ионного пучка $6.5 \text{ мА} \cdot \text{см}^{-2}$, расстоянии 60 см от ионно-оптической системы, времени имплантации 5.25 ч и дозе облучения $10^{18} \text{ ион} \cdot \text{см}^{-2}$. Такой высокодозовый режим ионной имплантации обеспечивает формирование ионно-легированного слоя с высокой концентрацией внедряемых элементов. Температура образцов в условиях имплантации не превышала $300 \pm 50^\circ\text{C}$. Каждый образец закреплялся на теплоизолированном держателе и нагревался при воздействии ионного пучка. При значении ускоряющего напряжения 50 кВ скорость набора дозы составляла $5.8 \cdot 10^{13} \text{ ион}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$.

Изучение элементного состава сформированных в условиях ионной имплантации поверхностных слоев проведено с использованием ожэ-спектроскопии. Исследование и анализ структурно-фазового состояния методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) имплантированных титановых материалов проводили в двух областях поверхностного слоя: на глубине 0–200 нм (I область) и 200–500 нм (II область) от облученной поверхности.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Полученный титановый материал в мелкозернистом состоянии после отжига СМК-титана при температуре 500°C является сложным по своей структуре и зёрняемому состоянию. Выделяются два типа зерен. Зерна первого типа имеют размер в интервале 0.1–0.5 мкм (в работе обозначены как малые зерна — МЗ) (рис. 1а, б). Средний размер в мелких зернах составляет 0.35–0.4 мкм (рис. 2а, б). Доля МЗ в титане невелика и составляет 10%, но они существенно различаются по структурно-фазовому состоянию от второго типа зерен, имеющих размер в интервале 0.5–4 мкм (рис. 2а, в) (в работе обозначены как крупные зерна — КрЗ). Мелкие зерна (МЗ) располагаются преимуще-

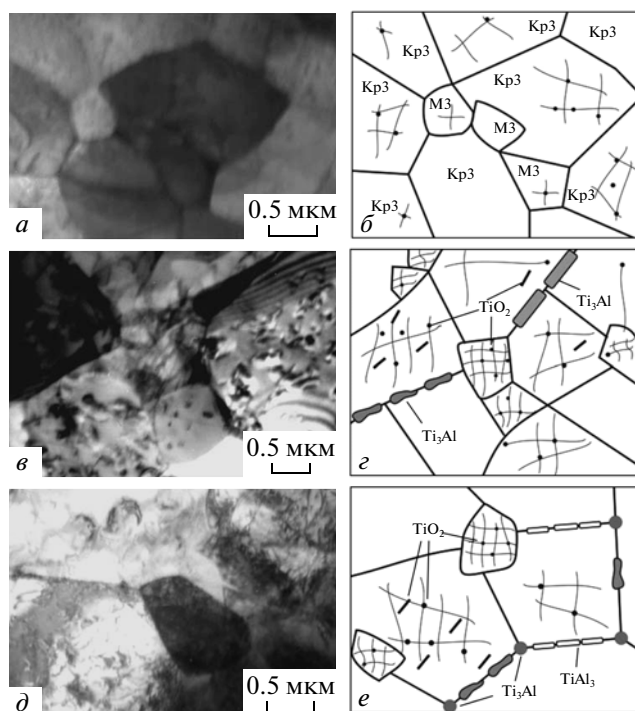


Рис. 1. ПЭМ-изображения поверхностных слоев титана (*а, в, д*) и схемы локализации зерен титана и вторичных фаз относительно Ti -зерен (*б, з, е*): *а, б* — титан в исходном состоянии; *в, з* — ионно-легированный слой в I области; *д, е* — модифицированный слой во II области.

ственно в тройных стыках крупных зерен ($Kp3$) небольшими группами (рис. 1*а, б*).

Ионная имплантация алюминием приводит к модификации элементного состава поверхностных слоев титана. Согласно ожэ-спектроскопии, при имплантации в поверхностных слоях титана наблюдается концентрация внедренной примеси алюминия до 60 ат. % при толщине легированного слоя ~ 800 нм (рис. 3) Наряду с алюминием в поверхностных слоях присутствуют кислород и углерод, внедренные из остаточной атмосферы ва-

куумной системы, концентрация которых не превышает 5–10 ат. %. Значительная толщина поверхностного ионно-легированного слоя обусловлена высокой концентрацией границ зерен в материале. Известно, что границы зерен и фаз, дислокации и другие дефекты кристаллического строения оказывают заметное влияние на скорость переноса вещества [12–14]. Коэффициент диффузии по ним на несколько порядков может быть больше величины, чем в объеме кристалла [15]. Кроме того, экспериментальные и теоретические исследования [16] показывают, что напряжения, возникающие при обычно используемых параметрах и режимах ионного облучения, достигают значений, существенно превышающих предел текучести материала, и достаточны для инициирования механизмов накопления дислокаций. В результате этого в облучаемых металлах и сплавах формируется дефектная структура, сказывающаяся на скорости массопереноса.

Легированная примесь — алюминий — распределяется неодинаково как по глубине имплантированных слоев, так и относительно мелких и крупных зерен титана. Алюминий первоначально формирует твердый раствор, при этом, чем больше матричное Ti -зерно, тем больше концентрация алюминия в твердом растворе. Мелкие зерна обеднены алюминием относительно крупных зерен. В результате неравномерного распределения легирующей примеси по материалу, фазовые составы в $M3$ и $Kp3$ различаются.

На расстоянии до 200 нм от облученной поверхности (область I), наряду с зернами $\alpha-Ti$, присутствуют вторичные фазы Ti_3Al и TiO_2 . Выделения Ti_3Al -фазы (упорядоченная фаза со сверхструктурой $D0_{19}$) имеют вытянутую форму и расположены, как правило, по границам крупных зерен $\alpha-Ti$ с объемной долей не более 1 об. % (рис. 1*в, з*, таблица). Электронно-микроскопическое изображение нанозерен фазы Ti_3Al приведено на рис. 4. В мелких зернах $\alpha-Ti$ ни внутри, ни по их границам выделения Ti_3Al -фазы не обнаружены.

Фазовый состав, локализация вторичных фаз и их количественные характеристики

№ области	Зерно $\alpha-Ti$	Ti_3Al		$TiAl_3$		TiO_2 в объеме зерен α -титана			
		D , нм	δ , %	D , нм	δ , %	округлые на дислокациях		пластинчатые	
						D , нм	δ , %	D , нм	δ , %
I	$Kp3$	60×200	1	—	—	20	1.5	30×110	1.5
	$M3$	—	—	—	—	10	1	—	—
II	$Kp3$	60	3.5	20×60	1.2	30	2.3	40×250	4.2
	$M3$	—	—	—	—	15	1	—	—

Примечание: $Kp3$ — крупные зерна (0.5–5 мкм); $M3$ — мелкие зерна (0.05–0.5 мкм); D — средний размер частицы; δ — объемная доля частиц

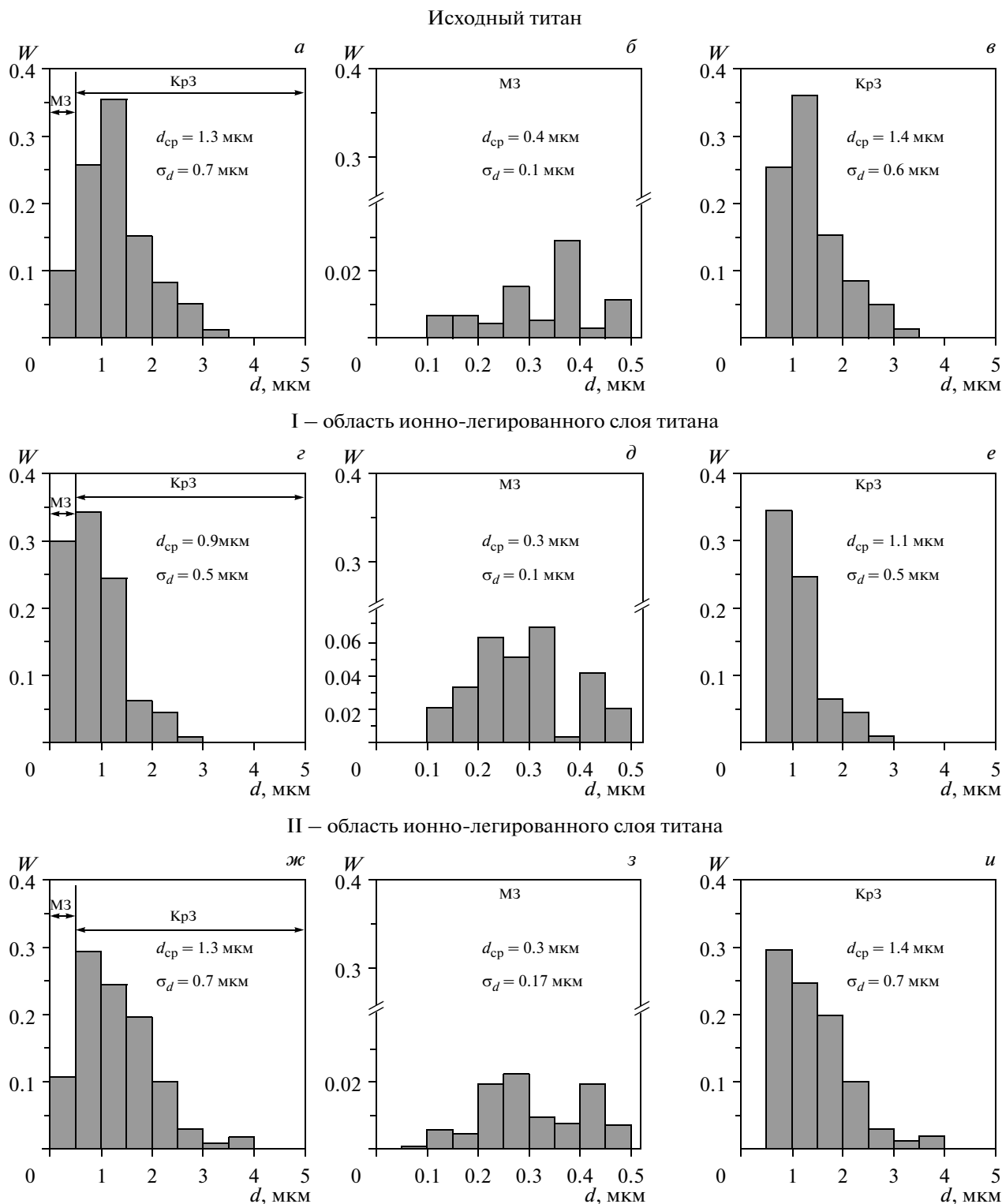


Рис. 2. Распределения зерен по размерам для исходного титана (а–в); в I — ионно-легированной области (з–е); в II — ионно-легированной области (ж–и). МЗ — мелкие зерна; КрЗ — крупные зерна.

Вторая фаза, присутствующая в области I — фаза оксида титана TiO_2 (брукит) (рис. 5), обладающая орторомбической кристаллической решеткой. Необходимо отметить, что TiO_2 также при-

сутствует и в исходном титане до ионной имплантации. Как видно из рис. 5, обнаружены два типа частиц оксида титана. Первый тип — частицы округлой формы, расположенные на дислокаци-

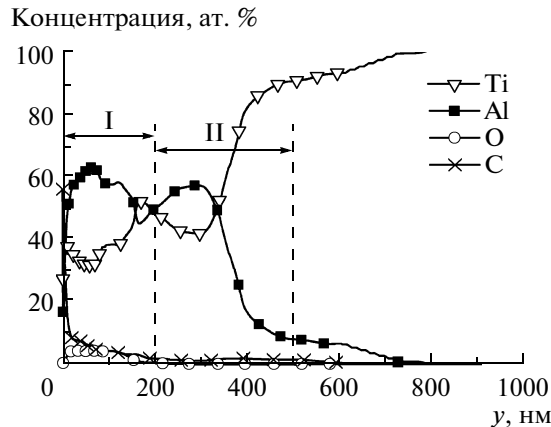


Рис. 3. Концентрационные профили внедренных элементов по глубине поверхностных слоев титана с указанием областей ПЭМ-исследований.

ях внутри как крупных, так и мелких зерен α -Ti (объемная доля 1.5 об. %, таблица). Второй тип TiO_2 -частиц — это частицы пластинчатой формы (см. рис. 5). Они располагаются только внутри крупных зерен α -Ti с объемной долей до 1.5 об. % (рис. 1г, таблица).

В центральной части (область II) имплантированного слоя (на глубине 200–500 нм от облученной поверхности), как и в области I, присутствуют фазы Ti_3Al и TiO_2 (таблица, рис. 1д, е). Однако изменяются средние размеры, объемные доли и форма указанных фаз. Нанозерна Ti_3Al -фазы обладают изотропной формой, имеют размер ~60 нм и

меньший, чем в области I, однако их объемная доля существенно выше: 3.5 об. % (см. таблицу, рис. 1е). Располагаются они в основном в тройных стыках крупных зерен α -Ti (рис. 6). Что касается частиц оксида TiO_2 , то их форма и места локализации такие же, что и в области I, но средние размеры и объемные доли выше (2.3 и 4 об. % — см. таблицу) в крупных зернах, а в мелких сохраняют постоянство. Дополнительно в области II имплантированного слоя обнаружена фаза TiAl_3 (рис. 6, рис. 1е) — упорядоченная фаза со сверхструктурой D_{022} , обладающая ОЦТ-кристаллической решеткой. TiAl_3 -фаза формируется в виде пластинчатых выделений по границам крупных зерен α -Ti (объемная доля составляет 1.2%).

Таким образом, имплантация Al в Ti привела к образованию упрочняющих фаз, таких как Ti_3Al и TiAl_3 , суммарное количество которых в области I составило 3% от объема материала, а в области II — 10%. Формирование фазы Ti_3Al наблюдается по всему объему ионно-легированного слоя. С увеличением размера зерна происходит рост объемной доли Ti_3Al -фазы (рис. 7). Характерно, что формирование фазы TiAl_3 происходит только в середине имплантированного слоя и по границам крупных зерен. Чем больше размер зерна в титановой мишени, тем больше доля выделяющейся TiAl_3 -фазы (рис. 7). Суммарная концентрация алюминия во вторичных фазах преобладает в середине имплантированного слоя относительно поверхности (область I).

В результате ионной имплантации в поверхностном слое титана изменяется не только фазо-

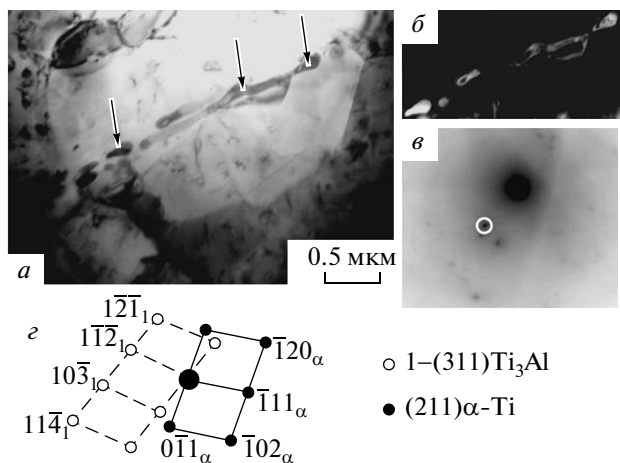


Рис. 4. ПЭМ-изображения поверхностного слоя на глубине 200 нм от облученной поверхности (I область): светопольное изображение (а), темнопольное изображение (б), полученное в рефлексе $[01\bar{1}]$ фазы Ti_3Al , отмеченном на микродифракционной картине (в) белой окружностью, схема микродифракционной картины (г). Выделения Ti_3Al -фазы, расположенные на границах зерен α -Ti, отмечены стрелками (а).

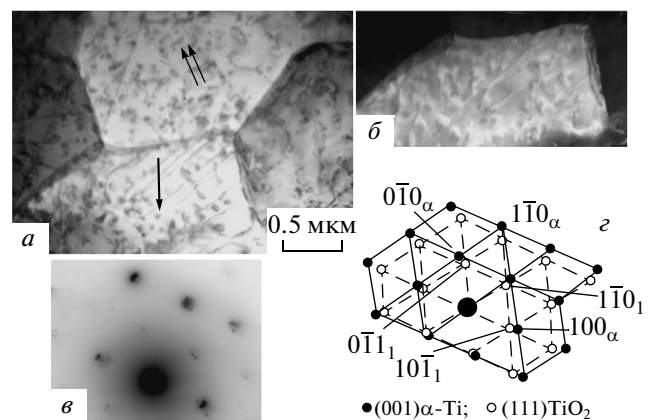


Рис. 5. ПЭМ-изображения поверхностного слоя на глубине 200 нм от облученной поверхности (I область): светопольное изображение (а), темнопольное изображение (б), полученное в совпадающих рефлексах двух фаз α -Ti и TiO_2 , микродифракционная картина (в) и ее индифференциальная схема (г). Выделения TiO_2 , расположенные внутри зерен α -Ti, округлой формы, отмечены одинарной стрелкой, пластинчатые — двойной.

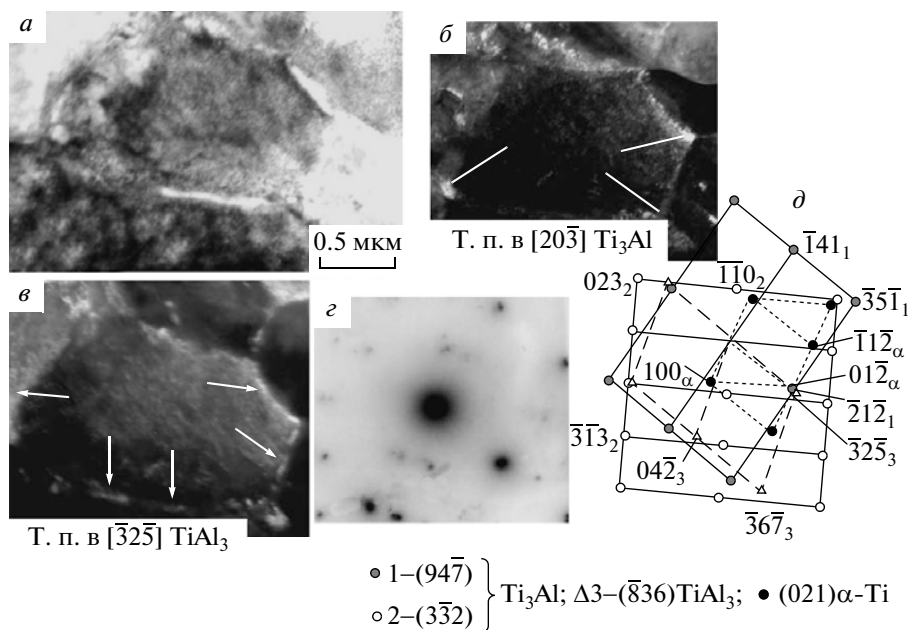


Рис. 6. ПЭМ-изображения поверхностного ионно-легированного слоя на глубине 200–500 нм от облученной поверхности (II область): светопольное изображение (а), темнопольные изображения (Т.п.), полученные в рефлексе фаз Ti_3Al (б) и TiAl_3 (в), микродифракционная картина (г) и ее индцированная схема (д).

вый состав, но и дефектная структура относительно исходного состояния. До ионной имплантации в материале присутствуют дислокации и дислокационные переплетения (рис. 8). С уменьшением размера зерна титана увеличивается плотность дислокаций в КрЗ и составляет $1.2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$, а в МЗ — $2.5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$.

После ионной имплантации в поверхностных слоях наблюдается изменение дислокационной структуры. На поверхности скалярная плотность дислокаций уменьшается, а избыточная увеличивается. Дислокационная структура в основном сетчатая. В области I в мелких зернах среднее значение ρ в 2 раза выше, чем в крупных (рис. 8). В области II величина скалярной плотности дислокаций в крупных зернах, по сравнению с областью I, возрастает более чем в 4 раза, а в мелких зернах — в 3 раза. Величина ρ в мелких зернах остается выше, чем в крупных. В среднем по материалу величина ρ в области II практически в 3 раза выше, чем в области I. Таким образом, по мере удаления от облученной поверхности величина скалярной плотности дислокаций возрастает как в крупных, так и в мелких зернах α -Ti, но с разной интенсивностью и при этом превышает исходное состояние в обеих областях (рис. 8).

Сформированная дислокационная структура создает внутренние напряжения (напряжения сдвига), которые определяются по формуле $\sigma = m\alpha Gb\sqrt{\rho}$, где m — фактор Шмида, α варьирует в пределах 0.05–1.0 в зависимости от типа дис-

локационного ансамбля; $G = 41 \text{ ГПа}$ — модуль сдвига, $b = 3.46 \cdot 10^{-10} \text{ м}$ — вектор Бюргерса; ρ — скалярная плотность дислокаций. Видно, что по мере удаления от облученной поверхности величина σ возрастает во всем объеме материала. Аналогичные зависимости плотности дислокаций от размеров зерен наблюдаются и для напряжения. После имплантации напряжения возрастают по мере удаления от поверхности и относительно исходного состояния в 3–5 раза (рис. 8б). Показано, что мелкие зерна характе-

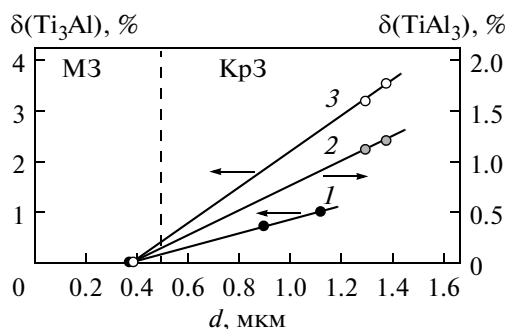


Рис. 7. Зависимость объемной доли вторичных фаз Ti_3Al (1, 2), TiAl_3 (3) от размера зерна α -Ti зерен по глубине ионно-легированного слоя титана: 1 — до 200 нм от облученной поверхности (I область); 2, 3 — на глубине 200–500 нм от облученной поверхности (II область).

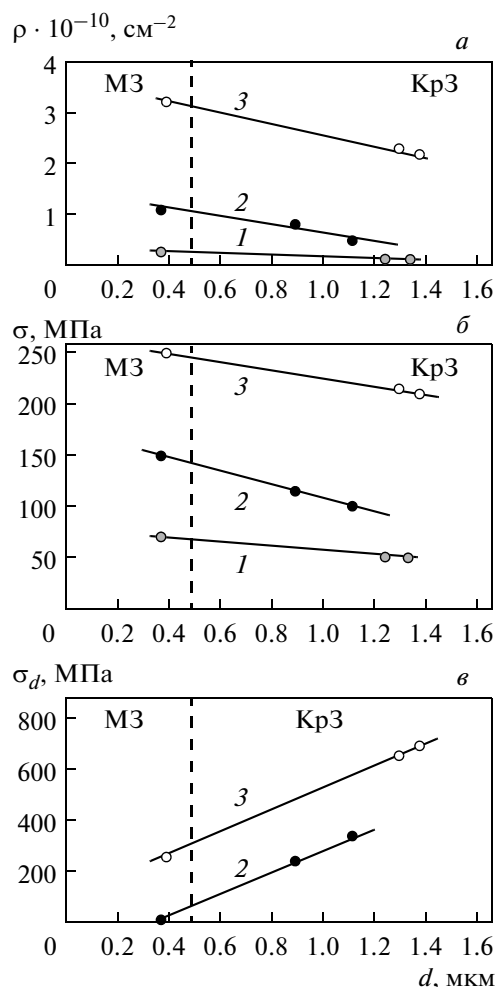


Рис. 8. Зависимость скалярной плотности дислокаций (а), напряжения сдвига (б) и локальных (моментных) напряжений (в) от среднего размера зерна α -Ti до и после ионной имплантации: 1 – исходный неимплантированный титан, 2 – характеристики ионнолегированного слоя в области I, 3 – характеристики в области II поверхностного слоя.

ризуются большими напряжениями в сравнении с крупными зернами.

Сформированная дислокационная структура, наряду со скалярной плотностью дислокаций, характеризуется высоким значением избыточной плотности дислокаций ($\rho_{\pm}$), которая также вызывает высокие внутренние напряжения – моментные (или локальные) напряжения σ_d . Моментные напряжения идентифицируются по наличию в материале изгибных экстинкционных контуров, толщина которых обратно пропорциональна амплитуде изгиба–кручения кристаллической решетки χ . Известно, что изгиб–кручение кристаллической решетки может быть пластическим или упругим. В случае пластического изгиба он обу-

словлен дислокационными зарядами, т.е. избыточной плотностью дислокаций $\rho_{\pm}$ (когда $\rho_{\pm} \neq 0$ и $\rho_{\pm} \leq \rho$), локализованной в некотором объеме материала. В этом случае амплитуда изгиба–кручения кристаллической решетки определяется по формуле $\chi_{пл} = b\rho_{\pm}$ (где b – вектор Бюргерса), а величина моментных напряжений: $\sigma_{дпл} = m\alpha Gb\sqrt{\rho_{\pm}} = m\alpha G\sqrt{b\chi_{пл}}$. В случае упругого изгиба изгиб–кручение кристаллической решетки обусловлен нерелаксированными упругими напряжениями, накопленными из-за несовместности деформации, в частности, зерен, и тогда амплитуда моментных напряжений определяется по формуле $\sigma_{дупр} = Gt\chi_{упр}$ (где t – толщина фольги). Возможен и упруго-пластический изгиб, когда в материале присутствуют оба источника полей, и тогда $\rho_{\pm} > \rho$, $\chi = \chi_{пл} + \chi_{упр}$, а $\sigma_d = \sigma_{дпл} + \sigma_{дупр}$. Амплитуды моментных напряжений в крупных и мелких зернах α -Ti, а также в среднем по каждой области имплантированного слоя различаются. Имплантация привела к формированию упруго-пластических моментных напряжений, амплитуда которых существенно превышает величину скалывающих напряжений предела текучести. Причем в крупных зернах по всей толщине имплантированного слоя упругая составляющая амплитуды моментного напряжения превышает пластическую более чем в 2 раза. В мелких зернах в области I моментные напряжения полностью отсутствуют, а в области II полностью обусловлены дислокационными зарядами (рис. 8).

Ионная имплантация оказывает влияние на размер зерен α -Ti и их соотношение. Так, на глубине до 200 нм от облученной поверхности (область I) средний размер зерен α -Ti равен 0.9 ± 0.5 мкм (рис. 2г). При этом средний размер мелких зерен составляет 0.37 ± 0.08 мкм (рис. 2д), крупных – 1.1 ± 0.5 мкм (рис. 2е), объемная доля мелких зерен увеличивается и достигает 30%. Дополнительное образование границ зерен обусловлено слиянием дислокаций, о чем свидетельствует снижение скалярной плотности дислокаций при уменьшении размера зерна микши.

В центральной части (область II) имплантированного слоя (на расстоянии 250–450 нм от поверхности) средний размер мелких зерен составляет 0.3 мкм (рис. 2з), т.е. практически такой же, как в области I. Однако объемная доля мелких зерен уменьшилась и составляет лишь 10%, как и в случае неимплантированного материала. Средний размер крупных зерен по сравнению с областью I, увеличился до 1.4 и соответствует исходному состоянию (рис. 1). После имплантации по всему имплантированному слою характерно увеличение доли мелких зерен с размером 0.5–1 мкм относительно исходного титана на 10%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследован фазовый состав ионно-легированных слоев титановых образцов и установлены области локализации сформированных алюминидных фаз (Ti_3Al , $TiAl_3$) относительно зёрен титановой матрицы. Основой ионно-модифицированных слоев являются зерна α -Ti. Выделены два типа матричных зерен (малые и крупные зерна), различающихся по фазовому составу, дефектной структуре и размерам: мелкие зерна в интервале от 0.1–0.5 мкм, крупные зерна в интервале 0.5–5 мкм. Воздействие ионной имплантации приводит к модификации размеров зерна титановой мишени и ее дефектной структуры. В ионно-легированном слое, наиболее приближенном к поверхности (на глубине до 200 нм от облученной поверхности – область I), наблюдается измельчение материала с увеличением доли мелких зёрен (до 30%). В крупных зёрнах увеличивается вероятность зерен с размером 0.5–1 мкм. По мере удаления от поверхности в глубь имплантированного слоя размер зерна растет, и в центральной части слоя (на глубине 200–500 нм от облученной поверхности) размер зерна становится больше относительно области I и имеет близкое значение с исходным состоянием.

В условиях ионной имплантации частицы вторичных алюминидных фаз формируются на границах зёрен. Для формирования алюминидных фаз необходимы протяженные границы-дефекты в материале, содержащие высокую концентрацию легирующих продифундировавших элементов. Формирование фазы Ti_3Al наблюдается в виде пластинчатых выделений по границам зёрен и округлых частиц в тройных стыках. Фаза $TiAl_3$ выделяется с меньшей объемной долей по сравнению с фазой Ti_3Al . Преимущественно частицы $TiAl_3$ -фазы имеют равноосный вид и локализуются по границам крупных зерен титановой матрицы. По-видимому, большую роль при локализации $TiAl_3$ -фазы играют дефектная структура и распределение примесей по дефектам структуры материала. Измельчение размера зерна титана инициирует рост количества диффузионных каналов и механизмов для формирования новых фаз за счет облегченной диффузии легирующих элементов. На границах зёрен титана наблюдается повышенная концентрация алюминия, что способствует образованию именно в этих участках частиц фазы $TiAl_3$. Необходимо отметить, что ионная имплантация осуществлялась при температуре 300°C, что дополнительно усиливало диффузию алюминия.

Для формирования алюминидных фаз большое значение имеет наличие высокой концентрации тройных стыков и границ зёрен, которые являются стоками примесей. В тройных стыках

концентрация вторичных фаз больше и составляет 3.5 об. %. По границам идет преимущественная диффузия легирующих примесей, при этом на границах выделяются частицы с большими размерами, но доля их меньше относительно частиц, локализующихся в тройных стыках. Мелкие зёрна обеднены алюминием относительно крупных зёрен, поэтому локализация вторичных фаз в крупных зёрнах значительнее. Установлено присутствие в материале двух типов частиц TiO_2 : частицы округлой формы, расположенные на дислокациях внутри как крупных, так и мелких зёрен α -Ti, и частицы пластинчатой формы, расположенные только внутри крупных зерен α -Ti.

Ионная имплантация изменяет существенно дефектную структуру материала: происходит увеличение плотности дислокаций после ионного воздействия. По мере удаления от облученной поверхности значение плотности дислокаций увеличивается. Исследование структурно-фазового состояния титанового материала с неоднородной зёрненной структурой до и после имплантации ионами алюминия показало, что с ростом размера зерна наблюдается уменьшение плотности дислокаций по глубине. Увеличиваются также и внутренние поля напряжения (напряжения сдвига), что свидетельствует о том, что наблюдается градиент температуры по глубине имплантированного слоя. Высокая температура в области I приводит к отпуску материала и дополнительной кристаллизации материала, о чем свидетельствует повышенная доля мелких зёрен и заниженное значение скалярная плотность дислокаций и полей напряжений в данной области.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 202 10-02-01012_а.

Авторы выражают благодарность Толмачеву А.И. и Ерошенко А.Ю. за помощь в получении титановых образцов в субмикроструктурном состоянии и Юшкову Г.Ю. за помощь в проведении экспериментов по ионной имплантации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Курзина И.А., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. и др. Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-плазменном воздействии. Томск: Изд-во. НТЛ, 2008. 324 с.
2. Козлов Э.В., Конева Н.А., Жданов А.Н. и др. // Физ. мезомеханика. 2004. Т.7. №4. С. 93.
3. Козлов Э.В., Жданов А.Н., Конева Н.А. // Физ. мезомеханика. 2006. Т. 9. №3. С. 81.
4. Конева Н.А., Жданов А.Н., Козлов Э.В. // Изв. РАН. Сер. физ. 2006. Т. 70. № 4. С. 77; Koneva N.A., Zhdanov A.N., Kozlov E.V. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2006. V. 70. № 4. P. 663.

5. Kozlov E.V., Zhdanov A.N., Popova N.A., Koneva N.A. // *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation* / Ed. Zehetbauer M.J., Valiev R.Z. Weinheim: WILEY – VCH Verlag GmbH and Co, KGaA, 2004. P. 263.
6. Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Попова Н.А., Конева Н.А. // *Физ. мезомеханика*. 2011. Т. 14. № 3. С. 95.
7. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Братчиков А.Д. и др. // *Физ. мезомеханика*. 2005. Спец. выпуск № 8. С. 91.
8. Курзина И.А., Божко И.А., Ерошенко А.Ю. и др. // *Материаловедение*. 2010. № 5. С. 48.
9. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Братчиков А.Д. и др. // *Физ. мезомеханика*. 2005. Спец. выпуск № 8. С. 91.
10. Gushenets V.I., Nikolaev A.G., Oks E.M. et al. // *Rev. Sci. Instrum.* 2006. V. 77. № 6. 063301(1–3).
11. Курзина И.А., Попова Н.А., Калашиников М.П. и др. // *Изв. вузов. Физика*. 2011. Т. 54. № 11/3. С. 112.
12. Wang L.M., Wang S.X., Ewing R.C. et al. // *Mater. Sci. Eng. A*. 2000. V. 286. P. 72.
13. Гусева М.И. // *Поверхность. Физика, химия, механика*. 1982. № 4. С. 27.
14. Кристал М.А., Дубровский Р.И., Степанова О.В. // *Физика и химия обраб. матер.* 1973. № 6. С. 88.
15. Каур И., Густ В. *Диффузия по границам зерен и фаз*. М.: Машиностроение, 1991. 448 с.
16. Pogrebnjak A.D., Bakharev O.G., Pgrebnjak N.A. et al. // *Phys. Lett. A*. 2000. V. 265. P. 225.