

УДК 669.24: 539.25

Курзина И.А.^{1,2}, Никоненко А.В.³, Калашников М.П.⁴, Попова Н.А.³

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА α -ТИТАНА, ИМПЛАНТИРОВАННОГО ИОНАМИ АЛЮМИНИЯ

Представлены результаты исследования микротвердости α -титана, имплантированного ионами алюминия, с различным размером зерна (0,3 мкм; 1,5 мкм; 17 мкм). Проведенные исследования показали, что уменьшение размера зерна и дополнительная имплантация приводят к существенному изменению структурно-фазового состояния и механических свойств. Увеличение микротвёрдости имплантированных сплавов связано с упрочнением за счет формирования нанокристаллических алюминидных фаз в объеме матричных зерен. Дополнительная стабилизация структуры материалов с параметрами зерен в микрообласти происходит путем закрепления границ зерен и их стыков интерметаллидными фазами, что дает значительное упрочнение.

Ключевые слова: имплантация, фазовый состав, зерно, упрочнение, микротвёрдость, плотность границ, внутренние напряжения.

The results of investigation of the microhardness α -titanium with different grain sizes (0.3 microns, 1.5 microns, 17 microns) implanted aluminum ions are presented. Studies have shown that a decrease in grain size and more implanted leads of a significant change in the structural-phase state and mechanical properties. The increase in microhardness of the implanted alloys due to the hardening and formation of the nanocrystalline phases alyuminidnyh in the body of matrix grains. Additional stabilization of the structure of materials with the parameters in the micro-grains occurs by hardening of grain boundaries and intermetallic phases of the joints, which makes it considerably strengthening.

Keywords: implantation, phase composition, grains, hardening, microhardness, grains density, internal stresses.

Введение

Методы обработки материалов пучками металлических ионов в настоящее время являются одними из наиболее перспективных направлений модификации поверхностных свойств металлов [1]. Конечной целью модифицирования является целенаправленное улучшение физических, механических и эксплуатационных свойств. Улучшение физико-химических свойств в первую очередь связано с формированием в поверхностных слоях металлов наноразмерных вторичных фаз, твердых растворов и различного рода градиентных структур. Большой интерес представляет ионный синтез фаз внедрения в поверхностных слоях материалов на основе Ti и Al, в частности, алюминидных фаз (Ti_3Al , $TiAl$ и $TiAl_3$) [1, 2]. Поверхностные слои металлов, состоящие из алюминидных фаз с наноразмерными параметрами зерен, будут характеризоваться высокими механическими характеристиками, что связано с уникальными физико-механическими

свойствами интерметаллидных соединений и с размерными эффектами сформированных фаз. Целью работы являлось исследование микротвёрдости и расчет прочностных составляющих, входящих в предел текучести, поверхностных ионно-легированных слоев титана в зависимости от размера зерна титановой мишени и структурно-фазового состояния материалов. Выбор титановых материалов обусловлен перспективами их применения в технике и прежде всего в медицине. В качестве имплантируемого элемента в работе был выбран алюминий, что обусловлено перспективами формирования в поверхностных слоях алюминидов титана, дополнительно способствующих улучшению физико-механических характеристик.

1. Материалы и методика

В качестве исходного материала (мишени) был выбран пруток технически чистого титана марки ВТ1-0 диаметром 20 мм. Для формирования нано- и субмикроструктурного со-

стояния в заготовках титана применяли разработанный в ИФПМ СО РАН комбинированный метод многократного одноосного прессования (abc-прессование) с последующей многоходовой прокаткой в ручьевых валках при комнатной температуре и дорекристаллизационным отжигом [3, 4]. Образцы с различным размером зерна получали из прутков субмикроструктурного титана путем часовых отжигов при различных температурах. Температуры отжига, требуемые для получения соответствующего размера зерна, взяты из работы [5].

Для имплантации ионами алюминия образцов из ВТ1-0 использована усовершенствованная версия ионного источника Mevva-5.RU, которая характеризуется снижением загрязнения ионного пучка продуктами эрозии катододержателя и электродов системы извлечения. Установка состоит из трех блоков: источника ионов, где формируется пучок ионов; вакуумной камеры, где помещаются облучаемые мишени; спектрометра, в котором производится диагностика масс-зарядного состава ионного пучка [6, 7]. Значение среднего заряда, полученного усреднением по количеству ионов алюминия в пучке, составляет 1.75. Ионная имплантация титановых материалов с различным размером зерна проведена при ускоряющем напряжении 50 кВ, плотности тока ионного пучка 6.5 mA/cm^2 , расстоянии 60 см от ионно-оптической системы, времени имплантации 5.25 часа, дозе облучения $1 \cdot 10^{18} \text{ ион/см}^2$ и температуре 623 К. Для анализа химического состава имплантированного материала использован оже-электронный спектрометр 09ИОС. Исследования микроструктуры и фазового состава проведены на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125К при ускоряющем напряжении 120 кВ и рабочем увеличении от 15500 до 70000. Изучение микроструктуры и фазового состава имплантированных материалов проводили на поверхности модифицированного слоя (на глубине до 200 нм от облученной поверхности).

Известно, что одним из количественных показателей механических свойств металлических материалов является микротвёрдость. Напомним, что микротвёрдость представляет сопротивление материала упругому и пластическому деформированию при внедрении или царапании жёстким индентором и обобщённо характеризует механическую прочность кристаллической решётки в условиях сложного и неод-

нородного объёмного напряжённого состояния. Исследование микротвёрдости выполнялось в поверхностных слоях исследуемых образцов до и после ионной имплантации. Измерение микротвёрдости проводилось по Виккерсу для исходных образцов на приборе ПМТ-3М по стандартной методике [8], для имплантированных – на модифицированном приборе ПМТ-3М согласно методике, описанной в [9]. Нагрузка на индентор (пирамидка Виккерса) соответствовала 0.98 Н.

2. Зеренная структура

Для проведения исследований по влиянию ионной имплантации на структурные характеристики и механические свойства ВТ1-0 в настоящей работе были выбраны три типа титановых мишеней с различным размером зерен: 1) в ультрамелкозернистом состоянии со средним размером структурных элементов равным 0.3 мкм ($Ti_{0.3}$); 2) в мелкозернистом состоянии со средним размером зерен 1.5 мкм ($Ti_{1.5}$) и 3) в (мезо)поликристаллическом состоянии со средним размером зерен 17 мкм (Ti_{17}). Типичные изображения зеренной структуры исходных образцов (до имплантации), полученные различными методами, представлены на рис.1. Отметим, так как были выбраны мишени с резко различным средним размером зерен, то для изучения зеренной структуры были использованы разные методы. А именно, для ультрамелкозернистого состояния ($Ti_{0.3}$) был применен метод просвечивающей электронной микроскопии (метод ПЭМ) на тонких фольгах, для мелкозернистого ($Ti_{1.5}$) и (мезо)поликристаллического (Ti_{17}) состояний – методы оптической и растровой электронной (метод РЭМ) микроскопии на шлифах, протравленных на внутриверхнюю структуру и границы зерен. Как видно из рис.1а, зеренная структура сплава $Ti_{0.3}$ представляет собой зерна анизотропной формы, средний поперечный размер которых составляет 0.3 мкм. Следует обратить внимание на то, что на величину микротвёрдости, которая обсуждается в настоящей работе, решающую роль оказывает плотность границ. В сплаве $Ti_{0.3}$ плотность границ определяется, в основном, поперечным размером зерен. Продольный размер зерен заметных изменений в величину плотности границ не вносит. Поэтому в настоящей работе состояние сплава $Ti_{0.3}$ мы отнесли к ультрамелкозернистому состоянию и

считаем, что средний размер зерна у этого сплава равен 0.3 мкм.

Зеренная структура в сплаве $Ti_{1.5}$ (рис.1б) представлена двумя типами зерен, размеры которых резко различаются, т.е. крупными (со средним размером 1.9 мкм) и мелкими (со средним размером ~ 0.4 мкм) зернами. Мелкие

зерна располагаются либо в тройных стыках крупных зерен, либо небольшими группами. Доля мелких зерен от объема сплава составляет 30%, поэтому плотность границ определяется преимущественно размером крупных зерен. В сплаве Ti_{17} (рис.1в) наблюдается обычная полиэдрическая зеренная структура.

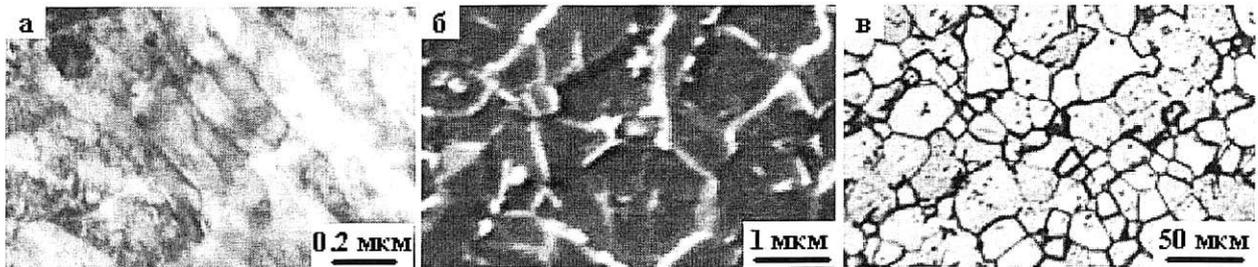


Рис.1. Изображения зеренной структуры исходных образцов: а – $Ti_{0.3}$; б – $Ti_{1.5}$; в – Ti_{17} , полученные методами ПЭМ (а), РЭМ (б) и оптической микроскопии (в)

3. Фазовый состав сплава до и после имплантации

Проведенные методом ПЭМ исследования показали, что в исходном состоянии сплав ВТ1-0 при всех размерах зерен представляет собой зерна фазы α -Ti. Фаза α -Ti обладает ГПУ кристаллической решеткой и пространственной группой $R\bar{6}_3/mmc$. Наряду с зернами α -Ti, в структуре сплава ВТ1-0 в небольшом количестве присутствуют зерна фазы β -Ti, обладающей ОЦК кристаллической решеткой и пространственной группой $Im\bar{3}m$. Эта фаза в сплаве $Ti_{0.3}$ присутствует в виде анизотропных зерен, расположенных вдоль границ зерен α -Ti. В сплаве Ti_{17} фаза β -Ti имеет вид параллельно расположенных пластинчатых выделений, находящихся внутри зерен α -Ti. Следует обратить внимание, что в сплаве с размером зерна 1.5 мкм ($Ti_{1.5}$) фаза β -Ti не обнаружена.

Имплантация алюминия в сплав ВТ1-0 привела к образованию целого набора фаз, обладающих различными кристаллическими решетками. Места локализации наблюдаемых фаз, их форма, размеры и объемная доля по глубине имплантированного слоя в титановых сплавах с различным размером зерен подробно обсуждены нами ранее [7, 10, 11]. Здесь же отметим, что имплантация сплавов, обладающих различным средним размером зерен, приводит к формированию фаз с различным набором. При этом локализации образующихся фаз, их форма, размеры и объемная доля в каждом сплаве также различны (табл.1). Тем не менее,

во всех сплавах основной и преобладающей фазой (до 90-95% объема материала) всегда остается α -Ti. Из табл.1 видно, что после имплантации фаза β -Ti сохраняется. Причем размеры, форма и места локализации фазы β -Ti остаются прежними.

Исследования показали, что имплантация алюминия в сплав ВТ1-0 привела, прежде всего, к образованию фазы Ti_3Al (табл.1). Фаза Ti_3Al – это упорядоченная фаза со сверхструктурой $D0_{19}$, обладающая ГПУ кристаллической решеткой, ее пространственная группа – $R\bar{6}_3/mmc$. Эта фаза образуется либо в виде анизотропных зерен, расположенных по границам крупных зерен α -Ti (в сплаве $Ti_{1.5}$), либо имеет вид параллельно расположенных пластинчатых выделений, находящихся внутри зерен α -Ti (в сплаве Ti_{17}). В любом случае появление этой фазы должно приводить к упрочнению сплава.

Как видно из табл.1, фаза Ti_3Al не образуется в сплаве $Ti_{0.3}$. Зато в этом сплаве имплантация привела к образованию фазы $TiAl_3$. Это упорядоченная фаза со сверхструктурой $D0_{22}$, обладающая ОЦК кристаллической решеткой с пространственной группой $I4/mmm$. Фаза $TiAl_3$ образуется в виде нанозерен округлой формы и расположена внутри зерен α -Ti. Появление этой упорядоченной фазы также должно приводить к упрочнению сплава.

Ранее [7, 10, 11] нами было установлено, что наряду с алюминием в поверхностном слое всегда присутствует кислород и углерод, внедренные из остаточной атмосферы. Поэтому после имплантации справедливо ожидать появ-

ление оксидов и карбидов титана. Из табл.1 видно, что во всех исследованных в работе сплавах присутствуют включения оксида титана TiO_2 (иначе – брукит). TiO_2 обладает орторомбической кристаллической решеткой (пространственная группа $Pbca$). Частицы TiO_2 в основном имеют округлую форму и располага-

ются внутри зерен α -Ti на дислокациях. Включения частиц карбида титана (TiC), имеющего ГЦК кристаллическую решетку и пространственную группу $Fm\bar{3}m$, присутствуют лишь в сплаве $Ti_{0.3}$. Частицы TiC располагаются внутри зерен α -Ti также на дислокациях.

Таблица 1. Основные характеристики поверхностного слоя титана, имплантированного ионами Al, в сплавах VT1-0, имеющих разный размер зерен

| Образец, средний размер зерна | Места локализации наблюдаемых фаз относительно зерен α -Ti, их форма и средний размер | | | | |
|-------------------------------|--|---|--|---|---|
| | β -Ti | $TiAl_3$ | Ti_3Al | TiC | TiO_2 |
| $Ti_{0.3}$ 0.3 мкм | Нанозерна анизотропной формы по границам зерен α -Ti, 70×250 нм | Нанозерна округлой формы внутри зерен α -Ti, 50 нм | Не обнаружены | Частицы округлой формы внутри зерен α -Ti, 40 нм | Частицы округлой формы на дислокациях (15-20 нм) и на границах зерен α -Ti (10 нм) |
| $Ti_{1.5}$ 1.5 мкм | Не обнаружены | Не обнаружены | Нанозерна анизотропной формы по границам зерен α -Ti, 60×200 нм | Не обнаружены | Частицы округлой формы на дислокациях (30 нм) и анизотропной формы на границах зерен α -Ti (30×110 нм) |
| Ti_{17} 17 мкм | Параллельно расположенные пластинчатые выделения внутри зерен α -Ti, 50×1300 нм | Не обнаружены | Параллельно расположенные пластинчатые выделения внутри зерен α -Ti, 50×1000 нм | Не обнаружены | Частицы округлой формы на дислокациях (10 нм) |

4. Влияние имплантации на упрочнение сплава

Типичными характеристиками количественных показателей механических свойств металлических материалов являются, прежде всего, предел текучести и деформационное упрочнение. Кроме того, как отмечалось выше, микротвёрдость представляет сопротивление материала деформированию и обобщённо характеризует механическую прочность кристаллической решётки в условиях напряжённого состояния. Проведенные количественные исследования параметров структуры исследуемых сплавов VT1-0 до и после имплантации позво-

ляют проследить за процессом перераспределения атомов Al, изменение фазового состава, перераспределением плотности дислокаций и внутренних напряжений и выполнить оценку предела текучести имплантированных сплавов. С помощью полученных результатов достаточно легко можно объяснить и поведение микротвёрдости.

К настоящему времени установлено, что прочность любого металлического материала определяется многими факторами [12], основными из которых являются: 1) наличие границ зерен и других структурных образований 2) высокая плотность дислокаций, образующихся при любом воздействии на материал

3) наличие в материале карбидных, оксидных частиц и других вторичных фаз и др. Роль каждого из этих факторов в каждом конкретном случае будет различной, и доля вклада отдельных механизмов упрочнения в общее упрочнение материала также неодинакова.

На основании многочисленных теоретических и экспериментальных исследований получен целый ряд соотношений, позволяющих установить количественную связь параметров тонкой структуры материала с его механическими свойствами [12-14]. В настоящей работе, согласно известным представлениям [12-14], расчет предела текучести проводился по формуле (1), где квадратично складываются вклады упрочнения дислокациями «леса» и внутренних полей, остальные вклады складываются аддитивно:

$$\sigma = \Delta\sigma_n + \Delta\sigma_{ms} + \Delta\sigma_s + \Delta\sigma_{op} + \sqrt{(\Delta\sigma_d^2 + \Delta\sigma_n^2)}. \quad (1)$$

Формула (1) охватывает практически все вклады сопротивлению деформирования. В этой формуле $\Delta\sigma_n$ – напряжение трения дислокаций в кристаллической решетке α -Ti; $\Delta\sigma_{ms}$ – упрочнение твердого раствора на основе α -Ti атомами легирующих элементов (Al, C, O); $\Delta\sigma_s$ – упрочнение дислокациями «леса», которые перерезают скользящие дислокации; $\Delta\sigma_d$ – упрочнение дальнедействующими полями напряжений; $\Delta\sigma_{op}$ – упрочнение материала некогерентными частицами при обходе их дислокациями по механизму Орована; $\Delta\sigma_s$ – упрочнение за счет границ зерен.

Рассмотрим роль каждого из факторов подробнее для исходных состояний сплавов VT1-0 (Ti_{0.3}, Ti_{1.5}, Ti₁₇). Как сообщалось выше, в исходном состоянии независимо от среднего размера зерна сплав VT1-0 является практически полностью однофазным сплавом – α -Ti. Поэтому вклад в упрочнение материала, обусловленный наличием третьего фактора, а именно, наличием вторичных фаз, во всех сплавах VT1-0 будет одинаков и минимален. Отметим, что наличие в сплавах Ti_{0.3} и Ti₁₇ фазы β -Ti какого-либо заметного вклада в упрочнение не дает, так как объемная доля этой фазы не превышает 1-2% от объема материала. Вклад в упрочнение материала, обусловленный наличием второго фактора, а именно, плотностью дислокаций, также невелик (40-60 МПа) и практически одинаков, так как скалярная плотность дислокаций во всех сплавах близка и составляет величину $(0.1-0.2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Упрочне-

ние дальнедействующими полями напряжений полностью отсутствует. Составляющие $\Delta\sigma_n$ и $\Delta\sigma_{ms}$ также вносят в общее упрочнение минимальный вклад, так как, согласно данным Оже-спектроскопии и данным рентгеноструктурного анализа [7, 11], в твердом растворе исходных сплавов VT1-0 углерод и кислород отсутствуют. Основным и определяющим в упрочнении сплавов VT1-0 в исходном состоянии оказывается первый фактор, а именно, наличие границ зерен, или, иначе говоря, плотность границ зерен. Как установлено экспериментально, предел текучести материала связан с размером зерна d (зернограничное упрочнение). Повышение прочности происходит за счет границ зерен α -Ti, являющихся барьерами распространения течения. Оно описывается известным соотношением Холла-Петча [15]:

$$\Delta\sigma_s = k \times d^{0.5}, \quad (2)$$

где k – коэффициент пропорциональности, который зависит от чистоты материала, степени деформированности материала, типа и строения границ зерен, упрочненности границ частицами вторых фаз и от размера зерна [9, 12] (среднее значение коэффициента k для α -Ti приведено в табл.2 [9]). В исходных сплавах VT1-0 зернограничное упрочнение определяется только размером зерен. Это означает, что упрочнение следует ожидать выше в том сплаве, в котором плотность границ выше (размер зерна ниже), т.е. в сплаве Ti_{0.3}. В табл.3 представлены полученные результаты зернограничного упрочнения в сплавах VT1-0 при разных исследованных в работе зерен. Видно, что самое высокое значение $\Delta\sigma_s$ имеет сплав Ti_{0.3}, в сплаве Ti_{1.5} – меньше практически в 2 раза, а в сплаве Ti₁₇ – более чем в 4 раза.

Таблица 2. Коэффициент Холла-Петча и величина зернограничного упрочнения в сплавах VT1-0 при разных средних размерах зерен. Исходное состояние

| Образец, средний размер зерна | Коэффициент Холла-Петча, k , МПа·м ^{1/2} | Зернограничное упрочнение, $\Delta\sigma_s$, МПа |
|-------------------------------|---|---|
| Ti _{0.3} (0.3 мкм) | 0.22 | 400 |
| Ti _{1.5} (1.5 мкм) | 0.30 | 245 |
| Ti ₁₇ (17 мкм) | 0.35 | 85 |

Для имплантированных состояний сплавов VT1-0 влияние факторов иное. Так как при имплантации размер зерен остается прежним, то и зернограничное упрочнение остается тем же.

Важную роль в упрочнение имплантированных сплавов вносят дислокации леса, причем как неполяризованного (или незаряженного дислокационного ансамбля), так и поляризованного (или заряженного дислокационного ансамбля) [13]. Незаряженный дислокационный ансамбль – ансамбль без избыточных дислокаций, когда $\rho_+ = \rho_-$ (где ρ_+ – плотность положительно заряженных дислокаций, ρ_- – плотность отрицательно заряженных дислокаций) и тогда избыточная плотность дислокаций $\rho_{\pm} = \rho_+ - \rho_- = 0$. В этом случае незаряженный дислокационный ансамбль создает напряжение сдвига (полей напряжений, создаваемых дислокационной структурой), которое определяется по формуле [14]:

$$\Delta\sigma_d = m\alpha Gb\sqrt{\rho}, \quad (3)$$

где m – ориентационный множитель; α – безразмерный коэффициент, который меняется в пределах 0.05-1.0 в зависимости от типа дислокационного ансамбля [13]; G – модуль сдвига материала матрицы; b – вектор Бюргерса; ρ – среднее значение скалярной плотности дислокаций. В случае заряженного дислокационного

ансамбля, когда избыточная плотность дислокаций:

$$\rho_{\pm} = \rho_+ - \rho_- \neq 0,$$

создаются моментные (дальнодействующие) напряжения, величина которых определяется методом электронной микроскопии по изгибным экстинкционным контурам, наблюдаемым в структуре материала [12, 14]. Она рассчитывается по формуле:

$$\Delta\sigma_d = m\alpha_c Gb\sqrt{\rho_{\pm}}, \quad (4)$$

где $\alpha_c = 1$ – коэффициент Струнина [16]. Имплантация сплавов ВТ1-0 привела к накоплению высокой по сравнению с исходным состоянием скалярной плотности дислокаций (табл.3). Такая дислокационная структура, в свою очередь, сформировала большие напряжения сдвига, величина которых также представлена в табл.2. Как видно из табл.3, самые высокие напряжения сдвига формируются в сплаве Ti_{0.3}, самые низкие – в сплаве Ti_{1.5}. Повидимому, это связано с фазообразованием: в сплаве Ti_{0.3} присутствует самый большой набор вторичных фаз, а в сплаве Ti_{1.5} – наименьший (см. табл.1).

Таблица 3. Параметры дислокационной структуры после имплантации сплава ВТ1-0

| Образец, средний размер зерна | Незаряженный дислокационный ансамбль | | Заряженный дислокационный ансамбль | |
|-------------------------------|--|---|---|--|
| | Скалярная плотность дислокаций, $\rho \cdot 10^{-14}, \text{м}^{-2}$ | Напряжения сдвига, $\Delta\sigma_d, \text{МПа}$ | Избыточная плотность дислокаций, $\rho_{\pm} \cdot 10^{-14}, \text{м}^{-2}$ | Моментные (дальнодействующие) напряжения, $\Delta\sigma_d, \text{МПа}$ |
| Ti _{0.3} (0.3 мкм) | 8.3 | 410 | 0 | 0 |
| Ti _{1.5} (1.5 мкм) | 1.9 | 165 | 0.5 | 100 |
| Ti ₁₇ (17 мкм) | 2.6 | 239 | 2.2 | 210 |

Имплантация привела к поляризации дислокационной структуры (на электронно-микроскопических изображениях присутствуют изгибные экстинкционные контуры) и, соответственно, к формированию моментных (дальнодействующих) напряжений (табл.2), причем в разных сплавах по-разному (табл.3). Так, в сплаве Ti_{0.3} значение ρ имеет самую большую величину (см. табл.3), однако поляризации дислокационной структуры не наблюдается (в структуре отсутствуют изгибные экстинкционные контуры). В сплаве Ti₁₇ значение ρ имеет не столь высокую величину, а, тем не менее, дислокационная структура практически полностью поляризована, так как $\rho_{\pm} \approx \rho$ (см. табл.3).

Выше мы отмечали, что имплантация привела к образованию целого набора фаз. Было

установлено, что набор фаз зависит от среднего размера зерна сплава (см. табл.1). Известно [17], что дисперсионное упрочнение сплава зависит от числа частиц, их размера, характера распределения и расстояния между ними, а также степени несоответствия кристаллических решеток матрицы и выделения. Механизмы дисперсионного упрочнения разработаны для некогерентных частиц, когда дислокации обходят выделения и когерентных частиц, когда дислокации могут перерезать частицы. В исследованных работе сплавах некогерентными частицами являются частицы TiC и TiO, когерентными – частицы фаз β -Ti, Ti₃Al и TiAl₃. Кроме того, механизмы дисперсионного упрочнения подразделяются на основные (частицы находятся внутри зерен) и косвенные (час-

тицы находятся на границах и в стыках зерен). Основные механизмы приводят к увеличению предела текучести сплава, косвенные – влияют на прочность и твёрдость. Во всех перечисленных случаях при расчете упрочнения можно использовать упрощенную формулу Орована [18]:

$$\Delta\sigma_{op} = 2\lambda Gb/r, \quad (5)$$

где $\lambda = 0.5$ – коэффициент, учитывающий все перечисленные моменты, r – расстояние между частицами. Полученные результаты расчета $\Delta\sigma_{op}$ после имплантации алюминия в сплав ВТ1-0 приведены в табл.4 (прочерк означает отсутствие фазы в сплаве). Из табл.4 видно, что основной вклад в упрочнение во всех сплавах дает оксид TiO_2 , причем в сплаве $Ti_{1.5}$ – он наибольший, а в сплаве Ti_{17} – наименьший.

Таблица 4. Дисперсионное упрочнение имплантированных сплавов ВТ1-0 различными фазами, $\Delta\sigma_{op}$, МПа

| Образец, средний размер зерна | Ti_3Al | $TiAl_3$ | $\beta-Ti$ | TiC | TiO_2 |
|-------------------------------|----------|----------|------------|-------|---------|
| $Ti_{0.3}$ (0.3 мкм) | - | 45 | 20 | 85 | 250 |
| $Ti_{1.5}$ (1.5 мкм) | 25 | - | - | - | 290 |
| Ti_{17} (17 мкм) | 15 | - | 20 | - | 100 |

Вклад в общее упрочнение составляющих $\Delta\sigma_n$ и $\Delta\sigma_{ms}$, как и в исходном состоянии мини-

Таблица 5. Предел текучести и вклады отдельных механизмов упрочнения до и после имплантации сплавов ВТ1-0 (σ , МПа)

| Образец, средний размер зерна | Исходное состояние, σ | Имплантированное состояние | | | | |
|-------------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------|------------------|------------------|---------------------|
| | | σ | $\Delta\sigma_s$ | $\Delta\sigma_L$ | $\Delta\sigma_D$ | $\Delta\sigma_{op}$ |
| $Ti_{0.3}$ (0.3 мкм) | 400 | 1210 | 400 | 410 | 0 | 400 |
| $Ti_{1.5}$ (1.5 мкм) | 245 | 755 | 245 | 165 | 100 | 315 |
| Ti_{17} (17 мкм) | 85 | 540 | 85 | 239 | 210 | 135 |

5. Влияние имплантации на микротвёрдость

Как отмечалось выше, измерение микротвёрдости проводилось в сплавах ВТ1-0 до и после имплантации. Так как микротвёрдость представляет сопротивление материала деформированию, то полученные предыдущие результаты по упрочнению сплавов были использованы для трактовки поведения микротвёрдости.

Исследования показали, что с уменьшением размера зерна, т.е. с увеличением плотности

маленький, так как по данным Оже-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа [7, 11] в твердом растворе после имплантации сплавов ВТ1-0 концентрация Al, C и O незначительна.

Таким образом, выполненные согласно формулы (1) расчеты показали, что, во-первых, как до, так и после имплантации увеличение размера зерна приводит к уменьшению упрочнения сплава. Во-вторых, имплантация алюминия во все исследуемые в работе сплавы ВТ1-0 привела к их существенному упрочнению. А именно, в сплавах $Ti_{0.3}$ и $Ti_{1.5}$ упрочнение увеличилось практически в 3 раза, а в сплаве Ti_{17} – более чем в 6 раз. Вклады различных составляющих, определенные по формулам (2)-(5) в общее упрочнение сплавов приведены в табл.5. Как видно из табл.5, доля вклада отдельных механизмов упрочнения в общее упрочнение сплавов неодинакова. Кроме того, и вклад каждого из этих механизмов в каждом конкретном случае разный. Так, в сплаве $Ti_{0.3}$ все механизмы вносят в упрочнение практически одинаковый вклад. В сплаве $Ti_{1.5}$ основной вклад вносят вторичные фазы ($\Delta\sigma_{op}$), а внутренние напряжения дают наименьший вклад. В сплаве Ti_{17} наоборот – внутренние напряжения вносят в упрочнение основной вклад, а вторичные фазы – наименьший.

границ в сплаве, происходит увеличение микротвёрдости исходных сплавов ВТ1-0 (рис.2-3). Хорошо видно, что в сплаве $Ti_{0.3}$, в котором плотность границ наибольшая, микротвёрдость имеет самое большое значение. В сплаве Ti_{17} , имеющим самый большой размер зерна, т.е. наименьшую плотность границ, микротвёрдость имеет самое малое значение. Полученные результаты хорошо согласуются с результатами по упрочнению этих сплавов. Таким образом, на уровне размеров зерен большую роль начинает играть вклад в микротвёрдость высокая концентрация границ зерен. В этом случае де-

фектная структура границ зерен становится наиболее важным фактором.

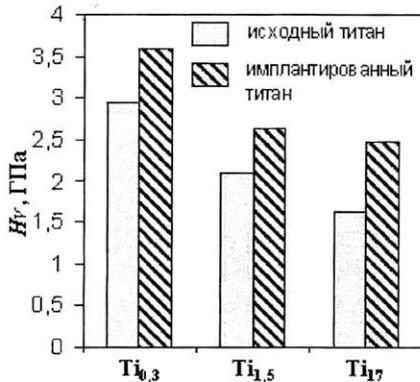


Рис.2. Микротвёрдость титановых образцов до и после ионной имплантации

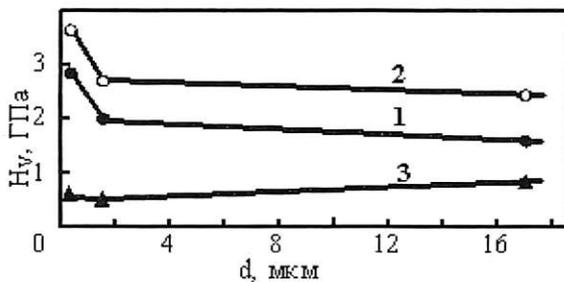


Рис.3. Влияние размера зерна на микротвёрдость (1,2) и прирост микротвёрдости (3) при имплантации ионами алюминия сплава ВТ1-0 (1 – до имплантации; 2 – после имплантации)

После ионной имплантации наблюдается существенное увеличение микротвёрдости (рис.2-3), причем наибольшее увеличение происходит в сплаве Ti₁₇ (рис.3, кривая 3). И это также согласуется с результатами, описанными выше. Можно утверждать, что увеличение микротвёрдости имплантированных сплавов связано с упрочнением за счет формирования нанокристаллических алюминидных фаз в объеме матричных зерен. Дополнительная стабилизация структуры материалов с параметрами зерен в микрообласти происходит путем закрепления границ зерен и их стыков интерметаллидными фазами, что дает значительное упрочнение.

Заключение

Проведено исследование поверхностных слоев титана, имплантированных ионами алюминия при дозе облучения $1 \cdot 10^{18}$ ион/см² на источнике Mevva-V.RU в различных структурных состояниях (средний размер зерна α-Ti: 0.3, 1.5

и 17 мкм). Установлено, что имплантация ионов алюминия в сплав ВТ1-0 приводит к значительному повышению микротвёрдости в поверхностных слоях титана, вследствие формирования наноразмерных фаз интерметаллидов (Ti₃Al, TiAl₃).

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 10-02-01012_a.

Список используемой литературы

1. Курзина И.А., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. и др. Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-плазменном воздействии. Томск: издательство НТЛ, 2008. 324 с.
2. Гринберг Б.А., Иванов М.А. Интерметаллиды Ni₃Al и TiAl: микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург: издательство Уро РАН, 2002. 358 с.
3. Ерошенко А.Ю., Шаркеев Ю.П., Толмачев А.И. и др. Структура и свойства объемного ультрамелкозернистого титана, полученного abc-прессованием и прокаткой // Перспективные материалы. 2009. №7. Спец. выпуск. С. 107-112.
4. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Братчиков А.Д. и др. Объемный ультрамелкозернистый титан с высокими механическими свойствами для медицинских имплантатов // Нанотехника. 2007. №.11. С. 81-87.
5. Курзина И.А., Божко И.А., Ерошенко А.Ю. и др. Эволюция структуры и механических свойств ультрамелкозернистого титана // Материаловедение. 2010. №5. С. 48-55.
6. Gushenets V.I., Nikolaev A.G., Oks E.M. et al. Simple and inexpensive time-of-flight charge-to-mass analyzer for ion beam source characterization // Rev. Sci. Instrum. 2006. V.77. №6. P. 063301(1-3).
7. Курзина И.А., Попова Н.А., Калашников М.П. и др. Фазовое состояние титановых материалов после имплантации ионами алюминия // Известия Вузов. Физика. 2011. т.54. №11/3. С. 112-119.
8. Григорович В.К. Твёрдость и микротвёрдость металлов. М.: Наука, 1976. 230 с.
9. Курзина И.А., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. и др. Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-лучевом воздействии. Томск: издательство НТЛ, 2008. 324 с.

10. Курзина И.А., Попова Н.А., Никоненко Е.Л. и др. Влияние легирования ионами алюминия на структурно-фазовое состояние поверхностного слоя титана // Труды 14-го Международного симпозиума «Упорядочение в минералах и сплавах» ОМА-14. Т.1. Ростов н/Д: издательство СКНЦ ВШ ЮФУ АПСН, 2008. С. 201-204.
11. Курзина И.А., Попова Н.А., Никоненко Е.Л. и др. Формирование наноразмерных интерметаллидных фаз в условиях имплантации ионами алюминия титановых мишеней // Изв. РАН. Серия физическая. 2012. т.76. №1. С. 74-78.
12. Козлов Э.В., Конева Н.А. Природа упрочнения металлических материалов // Изв. вузов. Физика. 2002 (приложение). №3. С. 52-71.
13. Конева Н.А., Козлов Э.В. Дислокационная структура и физические механизмы упрочнения металлических материалов // Перспективные материалы (учебное пособие) / Под ред. Д.Л. Мерсона. Тула: издательство ТГУ, МИ-СиС, 2006. С. 267-320.
14. Конева Н.А., Козлов Э.В. Закономерности субструктурного упрочнения. // Изв. вузов. Физика. 1991. №3. С. 56-70.
15. Мак Лин Д. Механические свойства металлов. М.: Metallurgy, 1965. 431с.
16. Струнин Б.Н. О распределение внутренних напряжений при случайном расположении дислокаций // ФТТ. 1967. т.9. №3. С. 805-812.
17. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972. 408 с.
18. Гольдштейн М.И., Фарбер В.М. Дисперсионное упрочнение стали. М.: Metallurgy, 1979. 208 с.

¹*Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия.*

²*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия.*

³*Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия.*

⁴*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия.*

Подписано в печать 26.02.13.

Сведения об авторах

Курзина Ирина Александровна, к.х.н., с.н.с. НИ ТГУ, доцент НИ ТПУ, kurzina99@mail.ru
Никоненко Алиса Владимировна, студент НИ ТГУ, kurzina99@mail.ru
Калашников Марк Петрович, ведущий технолог ИФПМ СО РАН, kmp1980@mail.ru
Попова Наталья Анатольевна, к.т.н., с.н.с. ТГАСУ, тел. (3822) 65-42-65