

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

**МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«Перспективные материалы с иерархической структурой
для новых технологий и надежных конструкций»**

**X МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«Химия нефти и газа»**

Томск

Издательский Дом ТГУ

2018

1

DOI: 10.17223/9785946217408/39

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ МЕДНОЙ
ПОДЛОЖКИ, МОДИФИЦИРОВАННОЙ ИОНАМИ ТИТАНА**

Калашников М.П., Федорищева М.В., Божко И.А., Сергеев В.П.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

Перспективным направлением повышения адгезионной прочности теплозащитных покрытий может стать предварительное ионное наноструктурирование металлической подложки, обеспечивающее наилучшее согласование кристаллических решеток сопрягающихся материалов, а также их механических свойств. Ранее нами было показано, что бомбардировка медной подложки интенсивными пучками ионов металлов с энергией до 3 кэВ может приводить к увеличению адгезии и измельчению структуры нанокompозитных покрытий на основе Zr-Y-O / Si-Al-N. Ионно-пучковая обработка может не только модифицировать структуру поверхностного слоя подложки, но и изменять его морфологию, химический и фазовый состав. В настоящее время ионная обработка широко используется для поверхностного упрочнения металлов и сплавов за счет увеличения плотности дислокаций в слое глубиной до 10 мкм (эффект дальнего действия [1]) или за счет образования нанокристаллических интерметаллидных фаз [2]. Во втором случае элементные пары «ионный пучок- обрабатываемый металл» подбираются из тех систем, в которых возможно образование интерметаллидов. Так, в [2] был обнаружен ионный синтез интерметаллидных фаз на основе систем Ni-Ti, Ni-Al, Fe-Al и Ti-Al. В системах Cu-Zr, Cu-Ti также возможно образование целого ряда интерметаллидных фаз, приводящих к изменению физико-механических характеристик медной подложки. Однако ионный синтез в данных системах мало изучен.

В связи с этим, в настоящей работе изучено влияние длительности поверхностной обработки медной подложки интенсивным потоком ионов титана структуру, фазовый состав, морфологию поверхности и химического состава поверхностного слоя медной подложки.

Процесс осаждения покрытия и обработки подложки проводили с помощью ваку-умной установки магнетронного напыления и ионной обработки «Квант», оснащенной круговым планарным магнетроном мощностью 5 кВт с мозаичной мишенью на основе алюминия и кремния и вакуумно-дуговым источником ионов титана, циркония с энергией 0,5...2,5 keV и плотностью тока 2...20 мА/см².

Поверхность подложек из медного сплава М1 перед ионной обработкой полировали до шероховатости Ra = 0,16 мкм. Образец помещался в камеру на вращающийся стол, с помощью которого можно перемещать его без развакуумирования в следующие положения: в начале процесса - напротив ионного источника для ионной бомбардировки, а затем - напротив магнетрона для осаждения покрытия. Температура образцов в процессе ионной бомбардировки поднималась до 900-1000К, при осаждении покрытия поддерживали температуру подложки 573±10К.

Микроструктуру поперечных срезов поверхностного слоя подложек и изменение химического и фазового состава по его глубине с локальным разрешением 30 нм изучали с помощью просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения JEM-2100, оснащенном энергодисперсионным (EDXS) и волновым дисперсионным микроанализаторами (WLDS) INCA-Energy (Oxford Instruments). Фазовый состав поверхностного слоя модифицированных подложек исследовали также методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия) в Co-K α излучении (для отсекающего \square -излучения использовали Fe-фильтр). Для расшифровки рентгенограмм использовали банк данных JCPDS. Морфологию обработанного потоком ионов титана поверхностного слоя медных подложек и изменение химического состава по его глубине исследовали также с помощью сканирующего электронного микроскопа LEO EVO 50XVP (Carl Zeiss, Германия), оснащенном EDXS и WLDS INCA-Energy и комбинированного аналитического прибора с электронным и сфокусированным ионным лучами Quanta-200 3D (FEI, USA).

Секция 1. Основные принципы и методология физической мезомеханики материалов с иерархической структурой

Известно, что облучение медной подложки тяжелыми ионами может вызывать изменения рельефа поверхности. Они происходят вследствие явлений, инициированных в приповерхностных слоях ионным или плазменным воздействием. К таким явлениям относятся возникновение ионно-индуцированных напряжений, зарождение и движение дислокаций, рекристаллизация, изменение состава приповерхностного слоя.

Механически полированная поверхность медной подложки в результате обработки (травления) сильноточным потоком ионов титана приобретает ячеистую структуру. Средним размер ячеек варьируется в пределах от 100 до 300 нм.

В случае небольшого времени обработки поперечное сечение не имеет дефектов, видны только незначительные изменения на поверхности. При длительности обработки 6 минут изменение рельефа захватывает более глубокие области по сечению материала, видна сетчатая структура материала и кое-где появляются поры. При максимальном времени обработки повсеместно видны поры на большей глубине и их протяженность увеличивается. Как показано в работах наиболее предпочтительным для нанесения покрытия является второй режим обработки (6 минут) при котором имеет место непрерывный сетчатый каркас без протяженных пор. В этом случае, каркас плотно заполняется материалом покрытия и таким образом достигается максимальная адгезия покрытия к подложке. В случае 3 с максимальным значением времени обработки, образующиеся протяженные поры или пустотные каналы становятся местом, по которому происходит отслоение или разрушения покрытия.

Экспериментально показано, что бомбардировка образцов медного сплава М1 сильноточными (2-20 мА/см²) потоками ионов Ti с энергией 1-3 кэВ с последующим ионно-магнетронным осаждением на модифицированную поверхность покрытий Zr-Y-O/Si-Al-N может приводить при определенных режимах к повышению его термоциклической стойкости и адгезии, соответственно, в ~3,6 и ~2,2 раза, а также к увеличению микротвердости поверхностного слоя подложки.

Методом сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, рентгеноструктурного анализа выявлено, что за счет одновременно протекающих процессов ионного травления, нагрева, радиационно-стимулированной диффузии в поверхностном слое металлической подложки формируется двухуровневая микро- и нанопористая нанокристаллическая структура. При бомбардировке ионами Ti она представляет собой смесь трех фаз: гцк.- Cu и интерметаллиды Cu₃Ti и Cu₄Ti₃ с характерным размером элементов интерметаллидного “сетчатого” каркаса 1-4 мкм. Средний размер зерен фаз в поверхностном слое уменьшается до ~50-100 нм.

Литература

1. В.Е. Панин В.П. Сергеев, А.В. Панин, Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий. -Томск: Изд-во ТПУ.- 2008. -286 с.
2. Панин В.Е., Сергеев В.П., Моисеенко Д.Д., Почивалов Ю.И. Научные основы формирования теплозащитных и износостойких многослойных покрытий системы Si-Al-N и Zr-Y-O//Физическая мезомеханика. 2011. Т. 14. № 6. С. 5 –14.