

# **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: 10.17223/9785946217408/168

**АНАЛИЗ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ  
ПОВЕРХНОСТНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ Ti-Ta, СИНТЕЗИРОВАННОГО НА  
ПОДЛОЖКЕ TiNi С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО  
СИЛЬНОТОЧНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА**

<sup>1</sup>Мейснер С.Н., <sup>1,2</sup>Дьяченко Ф.А., <sup>3</sup>Яковлев Е.В., <sup>1,2</sup>Семина В.О.

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

<sup>2</sup>НИИ Томский государственный университет, Томск, Россия

<sup>3</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

На сегодняшний день использование материалов, обладающих функциональными свойствами, позволяет достичь решения во многих нетривиальных задачах науки и техники. Например, сплавы на основе никелида титана (TiNi), которые обладают эффектами памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ), применяются для создания миниатюрных исполнительных и управляющих элементов (*актуаторов*) в микроэлектромеханических системах (МЭМС) в сфере микроэлектроники и электротехники [1].

Микроактуатору за время своей эксплуатации необходимо совершать многократные циклические действия. В связи с этим возникает задача улучшения физико-механических свойств поверхностных слоёв, так как именно состояние поверхности оказывает сильное влияние на объёмные свойства миниатюрных изделий.

На данный момент существует уникальный способ модификации поверхности металлических материалов путём импульсного плавления электронным пучком легирующей плёнки и металлической подложки. В результате данного вида комбинированной обработки на поверхности изделия формируется поверхностный сплав, который обладает значительно лучшей адгезией с материалом подложки по сравнению с осаждаемыми покрытиями в результате использования традиционных методов обработки и модификации поверхности [2].

Целью данной работы являлось проведение анализа физико-механических свойств и структуры поверхностного сплава на основе Ti-Ta, синтезированного на подложке TiNi с использованием низкоэнергетического сильноточного электронного пучка (НСЭП).

В работе использовались образцы размерами 10×10×1 мм, которые были приготовлены методом электроэрозионной резки из пластины, изготовленной из сплава на основе TiNi марки ТН1 (МАТЕК-СПФ, Россия). Сплав выплавлен методом индукционной плавки в вакуумной индукционной печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %). Методика приготовления поверхности образцов TiNi-подложек описана в работе [3].

Формирование поверхностного Ti-Ta сплава на TiNi-подложке осуществляли в едином вакуумном цикле на модифицированной автоматизированной установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав», Россия) [2]. Для предотвращения локального отслоения Ti-Ta покрытия из-за кратерообразования в процессе импульсного плавления подложки поверхность предварительно облучали НСЭП в режиме: плотность энергии электронного пучка  $E_s = 3,4 \pm 0,7$  Дж/см<sup>2</sup>, число импульсов воздействия  $n = 32$ . После проведения предварительной НСЭП-обработки TiNi-подложку с помощью манипулятора попеременно устанавливали по оси магнетронного модуля для осаждения Ti<sub>70</sub>Ta<sub>30</sub> (ат. %) покрытия толщиной 50 нм и по оси НСЭП – для импульсного плавления ( $E_s = 2 \pm 0,2$  Дж/см<sup>2</sup>,  $n = 5$ ) системы «покрытие/подложка». Число циклов «осаждения + импульсное плавление» составляло  $N = 20$ , так, чтобы ожидаемая толщина осаждаемого покрытия не превышала ~ 1 мкм.

Экспериментальные исследования проведены на оборудовании центров коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН и НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). Анализ структуры поверхностного слоя образцов TiNi после формирования поверхностного Ti-Ta сплава проведён с использованием метода тонких фольг на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM 2100 (JEOL, Япония) при ускоряющем напряжении равном 200 кВ.

#### Секция 4. Научные основы разработки материалов с многоуровневой иерархической структурой, в том числе для экстремальных условий эксплуатации

Тонкие фольги толщиной менее 0,3 мкм были приготовлены на установке ионного травления EM 09100IS (JEOL, Япония) из пластины. Измерение физико-механических характеристик поверхностных слоёв сплавов на основе TiNi до и после поверхностных обработок проведено методом динамического наноиндентирования на установке Nano Hardness Tester (CSEM NHT, Швейцария). Анализ физико-механических свойств поверхностных слоёв проведён на зависимостях динамической микротвёрдости -  $H_{OP}$ , характеристики пластичности -  $\delta_H$  и степени восстановления формы отпечатка -  $\eta$  от максимальной глубины погружения индентора  $h_{max}$ , рассчитанных из диаграмм нагружения-разгрузки по методикам, которые представлены в работах [4, 5, 6].

Результаты электронно-микроскопических исследований микроструктуры и фазового состава после формирования на TiNi-подложке поверхностного Ti-Ta сплава показали, что данная обработка привела к образованию многослойной градиентной структуры, распространяющейся на глубину более ~ 1 мкм и состоит из VI слоёв. Изменение параметров  $H_{OP}$ ,  $\delta_H$ ,  $\eta$  от  $h_{max}$  коррелирует с данными о многослойной структуре поверхностного слоя.

В результате исследования физико-механических свойств и структуры системы Ti-Ta/TiNi «поверхностный сплав/подложка» толщиной ~ 1 мкм установлено, что наибольшую эластичность  $\eta \approx 50\%$ , и одновременно наименьшую пластичность  $\delta_H \approx 0,4$  и высокую микротвёрдость  $H_{OP} \approx 8$  ГПа проявляет субмикроструктурный слой I. Плавный переход от эластичного слоя I к дисперсно-упрочнённому подслою III обеспечивается благодаря наличию аморфного слоя II. Чередование близких по толщине композиционных слоёв III, IV, V с крупным (> 20 нм) и мелким (< 20 нм) размером зерна обеспечивает плавное изменение механических характеристик до значений  $H_{OP} \approx 3$  ГПа,  $\delta_H \approx 0,6$  и  $\eta \approx 30\%$ , (подслой VI), характерных для TiNi-подложки.

Полученные результаты показывают, что электронно-пучковый синтез Ti-Ta покрытия на TiNi-подложке не оказывает негативного влияния на физико-механические свойства поверхностных слоёв материала подложки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РФФ №18-19-00198 от 26.04.2018).

#### Литература

1. Mohd J.J., Leary M., Subic. A., Gibson A.M. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities // *Materials and Design*. 2014. № 56. P. 1078–1113.
2. Марков А.Б., Миков А.В., Озур Г.Е., Падей А.Г. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов // *ПТЭ*. 2011. № 6. С. 122–126.
3. Мейснер С.Н., Дьяченко Ф.А. Исследование физико-механических свойств и структуры поверхностных слоёв сплавов на основе никелида титана, сформированных облучением низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком // *Изд.-во Том. гос. архит.-строит. ун-та*. 2017. С. 42–47.
4. Pharr. G.M., Oliver W.C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation // *MRS Bulletin*. 1992. № 17. P. 28–33.
5. Мильман Ю.В., Чугунова С.И., Гончарова И.В. К вопросу определения пластичности материалов методом индентирования // *Электронная микроскопия и прочность материалов: Сб. науч. тр.* 2008. № 15. С. 3–10.
6. Crone W.C., Shaw G.A., Stone D.S., Johnson A.D., Ellis A.B. Shape recovery after nanoindentation of NiTi films // *Society for Experimental Mechanics*. 2003. P. 1–6.