

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

**«Физическая мезомеханика.
Материалы с многоуровневой иерархически
организованной структурой и интеллектуальные
производственные технологии»,**

посвященная 90-летию со дня рождения
основателя и первого директора ИФПМ СО РАН
академика Виктора Евгеньевича Панина

в рамках
**Международного междисциплинарного симпозиума
«Иерархические материалы: разработка и приложения
для новых технологий и надежных конструкций»**

**5–9 октября 2020 года
Томск, Россия**

Томск
Издательство ТГУ
2020

DOI: 10.17223/9785946219242/290

ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ И ЗАКОНОМЕРНОСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ АМОРФНОЙ ФАЗЫ В ПОВЕРХНОСТНОМ Ti-Ni-Ta СПЛАВЕ, СИНТЕЗИРОВАННОМ НА TiNi ПОДЛОЖКЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫМ СПОСОБОМ

^{1,2}Семина В.О., ^{1,2}Гудимова Е.Ю., ¹Нейман А.А., ^{1,2}Мухамедова Р.Р., ^{1,2}Мейснер Л.Л.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²НИ Томский государственный университет, Томск

Тонкие аморфные металлические пленки применяются в микроэлектронике при производстве сенсоров и датчиков благодаря устойчивому деформационному отклику, хорошим магнитным и электропроводящим свойствам. Известные способы получения аморфных структур в виде пленок и покрытий, такие как магнетронное осаждение в сочетании с ионной имплантацией и ионным перемешиванием позволяют формировать на подложках тонкие слои, характеризующиеся удовлетворительными адгезионными свойствами. Ключевым вопросом об обеспечении надежности функциональных свойств систем [пленка/подложка] является их низкая адгезионная прочность при усталостных испытаниях. Исследования показывают [1], что повышение усталостных характеристик функциональных материалов с нанесенными на их поверхность аморфными покрытиями достигается только лишь при условии сохранения физической сплошности покрытий с материалом подложки. Для преодоления проблемы низкой адгезии авторами [2] был предложен способ синтеза поверхностных сплавов (ПС) на металлических подложках путем жидкофазного перемешивания систем [пленка/подложка] низкоэнергетическим (10–40 кэВ) сильнофокусным электронным пучком. Электронно-пучковый способ синтеза был успешно применен для формирования метастабильных аморфных структур (известных как поверхностные сплавы) в поверхностных (1–2 мкм) слоях сплавов никелида титана [3]. Из-за того, что условия получения аморфных металлических пленок являются сильно неравновесными, то их структурное состояние претерпевает значительные изменения при нагреве. Поэтому целью работы является исследование термической стабильности и фазовых превращений при нагреве в Ti-Ni-Ta ПС, сформированном на TiNi подложке электронно-пучковым способом.

В качестве объекта исследований выбран вариант трехкомпонентного Ti-Ni-Ta ПС, синтезированного на TiNi подложке так же, как в работе [3]. Подложками служили образцы размерами 10×10×1 мм из TiNi сплава (МАТЕК-СПФ, Россия), вырезанные из листового проката. Для изучения термической стабильности были проведены изотермические отжиги в вакууме ($P = 10^{-5}$ – 10^{-6} мБар) образцов в трех температурных режимах. Режим #1: максимальная температура нагрева $T_1 = 573$ К, средняя скорость нагрева 14 град/мин, охлаждение с печью; режим #2: максимальная температура нагрева $T_2 = 673$ К, средняя скорость нагрева 24 град/мин, охлаждение с печью; режим #3: максимальная температура нагрева $T_3 = 773$ К, средняя скорость нагрева 40 град/мин, охлаждение с печью. Во всех случаях время нагрева и охлаждения не превышало 2 часов, выдержка при каждой температуре T_1, T_2, T_3 составляла $\Delta t = 10$ минут. Исследования проводились на оборудовании ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН) и ЦКП НИ ТПУ с применением методом просвечивающей (JEM-2100, JEOL, 200 кВ), растровой (EVO 50, Zeiss) электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа (Shimadzu XRD-7000S). Анализ структуры ближнего порядка в аморфной фазе осуществлялся с применением метода нанодифракции, как изложено в [4]. Положения основных максимумов на кривых структурного фактора и функций радиального распределения атомов (ФРПА) были аппроксимированы с использованием программных пакетов Mathematica (ver. 11.2) и PDFgui (ver. 1.1.2).

Экспериментально обнаружено, что в поперечном сечении исходного Ti-Ni-Ta ПС сформировалась градиентная структура, содержащая аморфный подслоя (толщиной ~600 нм) с «вкрапленными» нанокристаллами (< 50 нм), преимущественно относящимися к фазам на

Секция 7. Тонкие пленки и многослойные покрытия как иерархически организованные структуры

основе α' , α'' и $\beta(\text{Ti}_2\text{Ta})$. После отжига при повышенных температурах (до $T_2 = 673$ К) микроструктура Ti-Ni-Ta ПС не претерпевает значительных изменений, характеризуясь высокой термической стабильностью аморфного состояния. При отжиге в режиме #3 ПС испытывает кристаллизацию, приводящую к появлению нанокристаллической структуры, в которой фазовый состав представлен смесью α'' -мартенсита, β -фазы и частиц интерметаллической фазы $(\text{Ti}_2\text{Ta})_2\text{Ni}$. Формирование двух типов кристаллических выделений может свидетельствовать о реализации независимых механизмов кристаллизации, при которых химический состав аморфно-нанокристаллического подслоя претерпевает изменения (первичная кристаллизация), либо остается неизменным (эвтектическая кристаллизация).

С применением нанодифракционного анализа были исследованы процессы структурной релаксации аморфной фазы при нагреве. Положения диффузного максимума, определенные по нанодифракционным картинам ($D=2.31$ - 2.34 Å) слабо изменяются по мере увеличения температуры отжига. Предположено, что ближний порядок в исследуемой аморфной фазе не претерпевает значительных изменений в результате релаксационных отжигов и может быть описан плотной упаковкой кластеров на основе координационных многогранников фаз Ti_2Ni и $\beta(\text{Ti}_2\text{Ta})$. При анализе расщеплений второго максимума ФРРА, установлено, что доля кластеров, соединенных по общим граням, увеличивается при повышении температуры отжига, что свидетельствует о формировании топологически плотноупакованных структур из икосаэдрических кластеров в аморфной матрице. При сравнении расчетных кривых структурного фактора с экспериментальными данными предложен мотив структуры среднего атомного порядка, состоящий из некристаллографических кластеров первой, второй и третьей координационных сфер.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ МК-1567.2020.2 (от 18.03.2020) и в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (проект III.23.2.1). Авторы выражают благодарности А. Б. Маркову, В. П. Ротштейну, Е. В. Яковлеву за помощь в проведении экспериментов по синтезу поверхностных сплавов и полезные обсуждения. Искренняя признательность Е. В. Нефедьеву за проведение отжигов образцов.

1. Thin film metallic glasses: Unique properties and potential applications / J. P. Chu et al // Thin Solid Films. 2012. V. 520. P. 5097–5122.
2. Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками / В. П. Ротштейн и др. // Новосибирск. 2019. 347 с.
3. Microstructural characterization of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by additive pulsed electron-beam melting of film/substrate system / L. L. Meisner et al // J. All. Comp. 2018. V. 730. P. 376–385.
4. Atomic structure of an amorphous Ti-Ta-based surface alloy synthesized on a TiNi substrate by an electron-beam method / V. O. Semin et al // Appl. Surf. Sci. 2019. Vo. 491. P. 411–419.