

На правах рукописи



**Никоненко Алиса Владимировна**

**ВЛИЯНИЕ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНАМИ АЛЮМИНИЯ  
НА ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТНЫХ СЛОЕВ СПЛАВА ВТ1-0  
В РАЗЛИЧНЫХ СТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЯХ**

1.3.5 – Физическая электроника

Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Томск – 2022

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники».

**Научный  
руководитель:**

**Курзина Ирина Александровна,**  
доктор физико-математических наук, доцент

**Официальные  
оппоненты:**

**Мейснер Людмила Леонидовна,** доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт физики прочности и материаловедения Сибирское отделение Российской академии наук»

**Овчинников Владимир Владимирович,** доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник лаборатории пучковых воздействий, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Институт электрофизики Уральское отделение Российской академии наук»

**Ведущая  
организация:**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «**Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова**»

Защита состоится 28 июня 2022 г. в 17 час. 00 мин. на заседании диссертационного совета 24.2.415.03, созданного на базе Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники, по адресу 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40, ауд. 201.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ТУСУРа по адресу: 634045, г. Томск, ул. Красноармейская, 146, и на официальном сайте: <https://postgraduate.tusur.ru/urls/1zvibogx>

Автореферат разослан «\_\_\_\_\_» мая 2022 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
д-р техн. наук, профессор



Ю.П. Акулиничев

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность исследования.** Растущие требования к высокотехнологичным материалам со специфическими эксплуатационными характеристиками в различных типах сред диктуют необходимость того, чтобы эти материалы обладали приповерхностными свойствами, отличными от свойств основного материала. Имеется ряд методов (легирование, термическая обработка, ионное облучение и др.), позволяющих улучшить поверхностные свойства, основанные на изменении элементного состава. Для работы в условиях высоких и низких температур создаются новые материалы, поверхностные слои которых обладают необходимым комплексом функциональных свойств. Хорошо известно, что при одностороннем воздействии на материал, каким является модификация поверхности потоками ионов, возникают градиентные структуры. В случае поверхностных градиентных слоев по мере удаления от поверхности изменяются плотность дефектов, размеры фрагментов, зерен и субзерен и их организация. Одновременно также изменяются концентрации элементов и примесей. Вследствие этого в градиентных структурах по мере удаления от поверхности изменяются эксплуатационные характеристики, такие как: прочность, пластичность, твердость, внутренние напряжения и пр.

На сегодня не выявлены физические механизмы упрочнения титановых сплавов за счет уменьшения размера зерна титановых мишеней и в результате ионной имплантации; формирования нанокристаллических интерметаллидных фаз и твердых растворов переменного состава; дислокационного и дисперсионного упрочнения. Наибольший интерес представляет алюминий в качестве имплантируемых ионов, так как интерметаллидные фазы системы Ti-Al проявляют особые свойства формирование которых в поверхностных слоях позволит значительно улучшить физико-механические характеристики имплантированных систем. Остаются открытыми вопросы, связанные с механизмами диффузии легирующих элементов в поверхностных слоях титана в условиях ионного облучения, с учетом размера зерна титановой матрицы и дозы облучения ионами алюминия.

**Степень разработанности темы исследования.** Применение титана, как конструкционного материала, обусловлено благоприятным сочетанием его высокой механической прочности, коррозионной стойкости, жаропрочности и малой плотности. Активное развитие науки и техники отметилось повышением требований к служебным характеристикам титановых сплавов, что, в свою очередь, стимулировало интенсивные исследования, направленные на поиск способов улучшения свойств и создания новых технологических схем упрочнения поверхностных слоев титана и сплавов на его основе [A. M. Glezer E. V. Kozlov N. A. Koneva N. A. Popova I. A. Kurzina Plastic deformation of nanostructured materials / by CISP CRC Press is an imprint of Taylor & Francis Group, an Informa business, 2017]. К существенному повышению предела текучести и прочности в титановых сплавах приводит измельчение зерна [L.G. Sun, Materials Today, 2020; Шаркеев Ю.П., Деформация и разрушение материалов. 2011; Курзина И.А., Известия Вузов. Физика, 2011] и образование интерметаллидных фаз как в объеме матричных зерен,

так и по их границам [Семенова, И.П., Российские Нанотехнологии, 2014]. Последние исследования [L.G. Sun, Materials Today, 2020] показали, что выделение наночастиц могут являться устойчивым источником дислокации при достаточно высоком напряжении. Ионная имплантация на сегодня является наиболее перспективным методом модификации структуры и элементного состава поверхностных слоев металлов, за счет возможности формирования градиентных по составу слоев, синтезу новых фаз и структур. На данный момент большинство экспериментов по ионной имплантации и изучение процессов фазообразования выполнено на крупнокристаллических металлах [V.A. Moskalenko, Materials science & engineering A, 2017]. Однако, уменьшение размеров зерен и, соответственно, увеличение плотности межзеренных границ и тройных стыков может приводить к резкому ускорению диффузионных процессов, легирования и протеканию процессов отличных от поликристаллических материалов [Смыслов А.М., Плазменные технологии в исследовании и получении новых материалов, 2017]. Показано, что имплантация ионами алюминия в титан приводит к существенному изменению структурно-фазового состояния и получению суперпрочных поверхностных слоев [Курзина И.А., Материаловедение, 2010]. К настоящему времени установлено, что прочность титана будет определяться многими факторами, 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 для титана с различным размером зерна и в каждом конкретном случае ионного облучения будет различной, и доля вклада отдельных

Для построения общей картины процессов фазообразования в титановых мишенях при имплантации ионами алюминия при вариации размера зерна необходимы детальное исследование модифицированных поверхностных слоев титана в субмикрокристаллическом, ультрамелкозернистом и мелкозернистом состояниях в условиях имплантации ионами алюминия. Фундаментальные исследования особенностей структурно-фазового состояния титана в УМЗ в различных структурных состояниях после имплантации является актуальной задачей.

**Цель работы** – выявление закономерностей формирования упрочненных градиентных слоев титанового сплава ВТ1-0 в СМК, УМЗ и МЗ-состояниях с модифицированным структурно-фазовым состоянием, полученных в условиях имплантации ионами алюминия ( $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> –  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) на источнике MEVVA-V.RU.

### **Задачи**

1. Получить и детально исследовать микроструктуру, элементный и фазовый состав титанового сплава ВТ1-0 в различных структурных состояниях, полученных путем последовательных отжигов нанокристаллического титана ( $d = 100$  нм) в интервале температур 573 – 823 К, и выбрать три типа мишеней в структурных состояниях: субмикрокристаллическом (СМК) ( $d = 0,08$  мкм,  $L = 0,53$  мкм), ультрамелкозернистом (УМЗ) ( $d = 0,15$  мкм,  $L = 0,45$  мкм) и мелкозернистом состояниях (МЗ) ( $d = 1,7$  мкм) для проведения имплантации ионами алюминия.

2. Провести имплантацию ионами алюминия образцов сплава ВТ1-0 в СМК, УМЗ и МЗ-состояниях на источнике MEVVA-V.RU со следующими параметрами: ток разряда импульсный; форма импульса квазипрямоугольная с амплитудой 126 А;  $\tau_{\text{имп}} - 275$  мкс;  $\omega - 5$  с<sup>-1</sup>;  $U_{\text{уск}} - 30$  кВ;  $J - 6,45 \cdot 10^{-3}$  А/см<sup>2</sup>; дозы имплантации ионов алюминия -  $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>,  $5 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> и  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>.

3. Исследовать микроструктуру, элементный и фазовый состав градиентных слоев сплава ВТ1-0 в СМК, УМЗ и МЗ-состояниях, модифицированных в условиях имплантации ионами алюминия по мере удаления от облученной поверхности.

4. Выявить факторы, влияющие на упрочнение сплава, в условиях ионной имплантации алюминия для каждого градиентного слоя сплава Ti-СМК, Ti-УМЗ и Ti-МЗ.

#### **Научная новизна исследования**

1. Впервые получены и подробно исследованы особенности структурно-фазового состояния градиентных слоев сплава ВТ1-0 в СМЗ, УМЗ, МЗ состояниях, модифицированных в условиях имплантации ионами алюминия на источнике MEVVA-V.RU.

2. Установлено, что в СМК-, УМЗ- и МЗ-состояниях ВТ1-0 сплава после ионной имплантации алюминием, по мере удаления от поверхности образуется градиентная структура, представляющая собой 5 различных по фазовому составу и зеренной структуре слоев: 1 – оксидный слой (фазовый состав: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl<sub>3</sub>, толщина слоя в Ti-СМК 100 ÷ 230 нм, в Ti-УМЗ 200 ÷ 280 нм, в Ti-МЗ – 230 ÷ 280 нм); 2 – ионно-легированный слой с максимальной концентрацией алюминия (фазовый состав: α-Ti, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>; толщина слоя Ti-СМК 200 нм, в Ti-УМЗ 350 нм, Ti-МЗ 800 нм); 3 – слой с измельченной зеренной структурой (фазовый состав: α-Ti, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, толщина слоя в Ti-СМК 1,1 ÷ 0,4 мкм, в Ti-УМЗ 0,77 ÷ 0,7 мкм, Ti-МЗ 1,8 ÷ 2 мкм); 4 – слой остаточного влияния имплантации (фазовый состав: α-Ti, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, толщина слоя в Ti-СМК и Ti-УМЗ ~ 500 мкм, Ti-МЗ 9,8 ÷ 10,4 мкм); 5 – слой с исходной зеренной структурой (фазовый состав: α-Ti, TiO<sub>2</sub>, толщина слоя в Ti-СМК и Ti-УМЗ ~ 1500 мкм, Ti-МЗ 1987 мкм).

3. Впервые установлена локализация алюминий-содержащих фаз по глубине градиентных слоев модифицированного титана. Установлено, что в ионно-легированном слое весь Al находится в твердом пересыщенном растворе; во второй половине слоя 2 формируются интерметаллидные фазы Ti<sub>3</sub>Al и TiAl<sub>3</sub>; в слоях 3, 4 весь Al находится в интерметаллидных фазах с максимальной объемной долей по мере роста дозы облучения; в слое 5 алюминий отсутствует.

4. Установлены структурные вклады в упрочнение титанового сплава. В Ti-СМК и Ti-УМЗ сплавах основной вклад в упрочнение вносит зернограничные, твердорастворные и моментные напряжения; в МЗ-состоянии твердорастворные и моментные напряжения.

**Научная и практическая значимость работы** состоит в углублении знаний о физических процессах формирования структуры, фазового состава, дислокационной субструктуры в сплаве ВТ1-0, имплантированного ионами алюминия. Разработана методика ПЭМ- исследований градиентных структур по слоям, которая может быть применена для изучения широкого спектра сплавов.

Выявлен градиентный характер изменения структуры, фазового состава, дислокационной субструктуры сплава ВТ1-0 после имплантации ионами алюминия, что позволило количественно оценить механизмы упрочнения на разных расстояниях от поверхности имплантированного материала. Результаты диссертации могут быть использованы для сравнительного анализа исследования градиентных структур при имплантации широкого спектра наноструктурных и мелкозернистых сплавов.

**Методология и методы диссертационного исследования.** В диссертационной работе использованы следующие методы исследования: Рентгенофазовый анализ, электронная ОЖЕ-спектроскопии, просвечивающая электронная дифракционная микроскопия с использованием метода энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Исследования методом ПЭМ и обсуждение результатов проведены на кафедре физики, химии и теоретической механики, ТГАСУ.

**На защиту выносятся следующие положения**

1. Выявлены закономерности в формировании градиентных слоев титана в условиях ионной имплантации. По мере удаления от облученной поверхности установлено формирование 5 слоев: 1 – оксидный слой (фазовый состав:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiAl}_3$ , толщина слоя 100 – 200 нм); 2 – ионно-легированный слой (фазовый состав:  $\alpha$ -Ti,  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiAl}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , толщина слоя от 200 нм до 800 нм); 3 – слой с измельченной зеренной структурой (фазовый состав:  $\alpha$ -Ti,  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiAl}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , толщина слоя от 0,4 мкм до 2 мкм); 4 – слой остаточного влияния имплантации (фазовый состав:  $\alpha$ -Ti,  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiAl}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , толщина слоя от 9,8 мкм до 500 мкм); 5 – слой с исходной зеренной структурой (фазовый состав:  $\alpha$ -Ti,  $\text{TiO}_2$ , толщина слоя в от 1500 мкм до 1987 мкм). Толщина слоев определяется структурным состоянием титановой мишени и дозой имплантации ионами алюминия.

2. В сплаве ВТ1-0 после ионной имплантации вследствие градиента концентраций алюминия по глубине наблюдается формирование различных алюминий-содержащих фаз: в 1м слое алюминий содержится в оксидной фазе, в ионно-легированном слое весь Al находится в пересыщенном твердом растворе и интерметаллидных фазах  $\text{Ti}_3\text{Al}$  и  $\text{TiAl}_3$ ; в слоях 3, 4 формируются только интерметаллидные фазы с максимальной объемной долей по мере роста дозы облучения; в слое 5 алюминий отсутствует.

3. Основное упрочнение сплава ВТ1-0 происходит за счет модификации структуры в ионно-легированном слое и слое с измельченной зеренной структурой. В СМК- и УМЗ-состоянии титана основной вклад в упрочнение сплава вносит зернограницные, твердорастворные и моментные напряжения; в МЗ-состоянии твердорастворные и моментные напряжения.

**Степень достоверности исследования** обеспечивается комплексным подходом к решению поставленных задач с использованием современных методик на сертифицированном структурно-аналитическом оборудовании; согласованием результатов, полученных различными методами; сопоставимостью их с данными других авторов.

**Апробация результатов.** По результатам диссертационных исследований были сделаны доклады на 21 следующих всероссийских и международных

конференциях: IX, X, XI, XII, XIII, XVI, XVII, XIII Международные конференции студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (Томск, 2012-2016 гг., 2019-2021 гг.); Международная конференция «Иерархически организованные системы живой и неживой природы» (Томск, 2013 г.); Международный симпозиум «Упорядочение в минералах и сплавах» (Ростов-на-Дону, 2014 г., 2019 г.); International seminar «Effect of external influences on the strength and plasticity of metals and alloys» (Барнаул, 2015 г.); 21<sup>st</sup> international conference on surface modification of materials by ion beams, (Томск, 2019 г.); 4-й научно-практической конференции с международным участием, посвященной 70-летию юбилею кафедры «Материаловедение, технология термической и лазерной обработки металлов» (Пермь, 2019 г.); Международной конференции «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» и VIII всероссийской научно-практической конференции с международным участием, посвященной 50-летию основания института химии нефти «Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа» (Томск, 2019 г.); II Международной научно-практической конференции, посвященной 20-летию ООО «Кузбасский центр сварки и контроля». (Кемерово, 2019 г.); XVII Российской научной студенческой конференции «Физика твердого тела (Томск, 2020 г.); XVI Международной школы-семинара «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах» (Барнаул, 2020 г.); Международной конференции посвященной 90-летию со дня рождения основателя и первого директора ИФПМ СО РАН Виктора Евгеньевича Панина в рамках международного междисциплинарного симпозиума «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2020 г.); Международной конференции «Физическая мезомеханика. Материалы с многоуровневой иерархически организованной структурой и интеллектуальные производственные технологии» (Томск, 2021г.); 5-й Всероссийской научно-практической конференции с международным участием (Пермь, 2021 г.)

**Связь работы с научными программами и темами.** Результаты получены в том числе, при выполнении следующих научных проектов:

- РФФИ № 19-08-01041 «Физические основы упрочнения ультрамелкозернистого титана в условиях облучения ионами алюминия и никеля» (2019-2021 гг., руководитель – Курзина И.А., в числе исполнителей – Никоненко А.В.)

- РФФИ № 20-38-90066 «Механизмы формирования высокопрочных градиентных поверхностных слоев титана в ультрамелкозернистом состоянии в условиях имплантации ионами алюминия» (2020-2022 гг., руководитель – Окс Е.М., в числе исполнителей – Никоненко А.В.)

- Проект Минобрнауки РФ № FEWM-2020-0038 «Физические аспекты исследований в актуальных направлениях развития плазменной эмиссионной электроники, фотоники, оптического и космического материаловедения» (2020-2022 гг., руководитель – Окс Е.М., в числе исполнителей – Никоненко А.В.)

**Личный вклад автора.** Соискателем совместно с научным руководителем определены объект, предмет, цель и задачи исследования. Личный вклад автора диссертационной работы состоит в проведении и участии в экспериментах,

обработке и анализе полученных результатов, сопоставлении их с литературными данными, самостоятельном формулировании выводов и научных положений. Автором лично проведена подготовка материалов для структурных исследований, изучена структура, фазовый и элементный составы сплава ВТ1-0 до и после имплантации ионами алюминия. Осуществлен сравнительный анализ данных, полученных методами рентгенофазового анализа, ПЭМ и ОЖЕ-спектроскопией. Обработаны и интерпретированы полученные результаты, оформлены тексты статей, тезисов конференций по теме диссертации.

В постановке отдельных задач исследований принимала участие к.т.н. Попова Н.А. Соавторы, принимавшие участие в отдельных исследованиях, указаны в списке основных публикаций по теме диссертации.

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано 46 работ, из них 7 статей в научных журналах, входящих в перечень рецензируемых научных журналов и изданий ВАК РФ, 11 статей в журналах, включенных в библиографические базы данных цитирования Web of Science и Scopus, 2 коллективные монографии, 26 публикаций в сборниках материалов международных и всероссийской с международным участием научных и научно-практической конференций.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, шести разделов, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы. Работа изложена на 194 страницах, в том числе содержит 113 рисунков, 22 таблиц и список литературы из 159 источников.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи исследования, представлена научная новизна и приведены положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** «Современное состояние технологий и исследований поверхностной модификации титана методами ионной имплантации» представлен литературный обзор, в котором рассмотрены титан и его сплавы, методы измельчения зеренной структуры, поверхностное упрочнение, диаграмма состояния Ti-Al и формирование градиентной структуры при имплантации ионами алюминия в сплав ВТ1-0. В заключении главы формулируются основные задачи работы.

**Во второй главе** «Материалы и методы исследования» содержится информация о методиках эксперимента и методах исследования исходного и модифицированного сплава ВТ1-0.

**Третья глава** «Структурно-фазовое состояние технически чистого титана до имплантации» содержит результаты, полученный после абс-прессования сплава ВТ1-0 и последующего отжига в интервале 573 К – 823 К. Было установлено, что после абс-прессования сплав ВТ1-0 имеет вытянутую зеренную структуры с продольным (L) размером зерна ~ 0,79 мкм и поперечным (d) ~ 0,14 мкм.

Для получения разного размера зерна образцы отжигались в атмосфере аргона при температурах 573 – 823 К в течение 1 часа. Затем для исследования влияния имплантации на структурно-фазовое состояние сплава ВТ1-0 были

выбраны образцы, находящиеся в СМК, УМЗ и МЗ состояниях. На основании кривой (рисунок 1) в работе для исследования были выбраны следующие образцы: на СМК-состояние, УМЗ-состояние и МЗ-состояние. Продолжительность каждого отжига составляла 1 час. Средние размеры зерен образцов приведены в таблице 1.

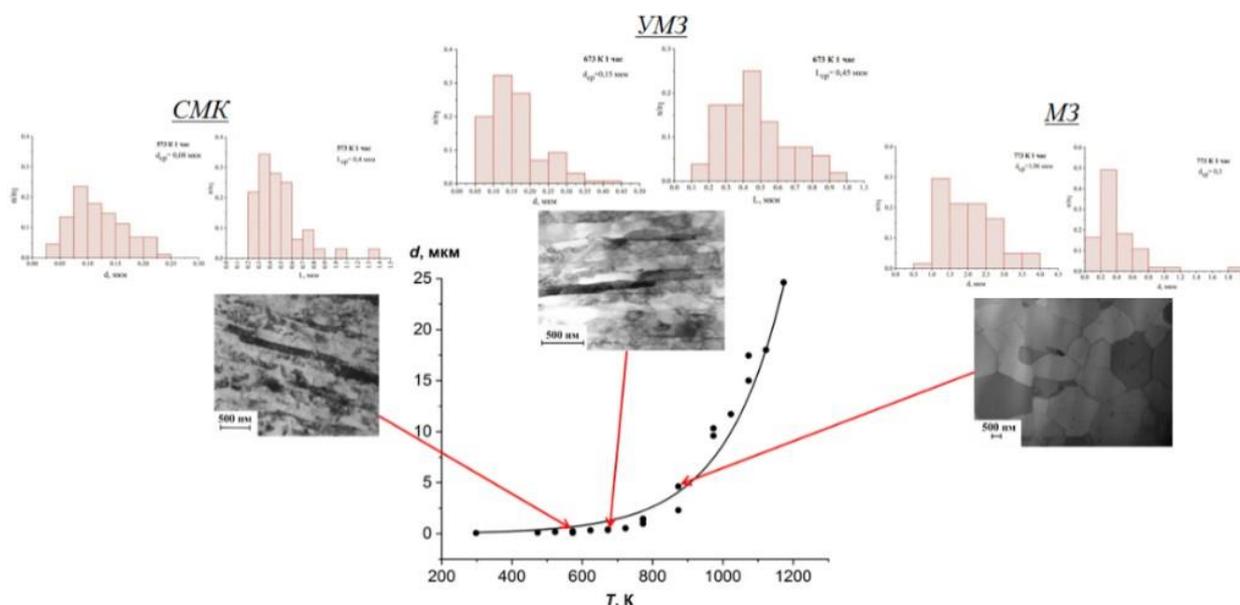


Рисунок 1 – Зависимость среднего поперечного размера зерна образцов сплава ВТ1-0 от температуры отжига

Таблица 1 – Размеры зерна в исходном состоянии (перед имплантацией)

№	Т отжига, К	Продольный размер зерна, мкм	Поперечный размер зерна, мкм	Коэффициент анизотропии, $k=L/d$	Масштабная классификация (состояние)
1	573	0,4	0,08	5	УМЗ
2	673	0,45	0,15	3	СМК
3	773	2,27	1,34	1,7	МЗ

Был проведен фазовый анализ сплава ВТ1-0 после ас-прессования и последующих отжигов. Установлено, что сплав состоит из  $\alpha$ -Ti (гексагональная кристаллическая решетка и пространственная группа  $P6_3/mmc$ ) и  $TiO_2$  (тетрагональная кристаллическая решетка и пространственная группа  $I4_1/amd$ ).

Исследована дефектная структура сплава, которая представлена хаотически расположенными дислокациями и дислокационными скоплениями сплетениями. Средняя величина скалярной плотности дислокаций  $\rho$  составляет  $1,5 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . При этом средняя величина скалярной плотности дислокаций в крупных зернах составляет  $1,4 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , в мелких зернах величина  $\rho$  выше –  $2,0 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Такая дислокационная структура сформировала внутренние напряжения – напряжения сдвига (или скалывающие напряжения)  $\sigma_{\text{д}}$ , средняя величина которых равна 175 МПа. Избыточная плотность дислокаций также создала в материале внутренние напряжения – дальнедействующие (моментные, или локальные) напряжения  $\sigma_{\text{д}}$ . Величина этих напряжений составила 140 МПа.

**Четвертая глава** «Влияние имплантации на образование градиентной структуры в сплаве ВТ1-0 в УМЗ- и СМК-состояниях» описывает градиентную структуру сплава Ti-СМК и Ti-УМЗ после имплантации ионами алюминия при различных дозах ( $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>,  $5 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> и  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>).

Фазовый анализ имплантированного ионами алюминия сплава ВТ1-0, находящегося в СМК- и в УМЗ-состояниях, был выполнен методом РФА (методом скользящего пучка, с углом скольжения 3°). Фазовый состав сплава (рисунок 2) при всех дозах ионной имплантации и при всех размерах зерен мишени состоит из, сплава является фазы  $\alpha$ -Ti (матрица сплава), а также присутствуют интерметаллид Ti<sub>3</sub>Al и оксид TiO<sub>2</sub>.

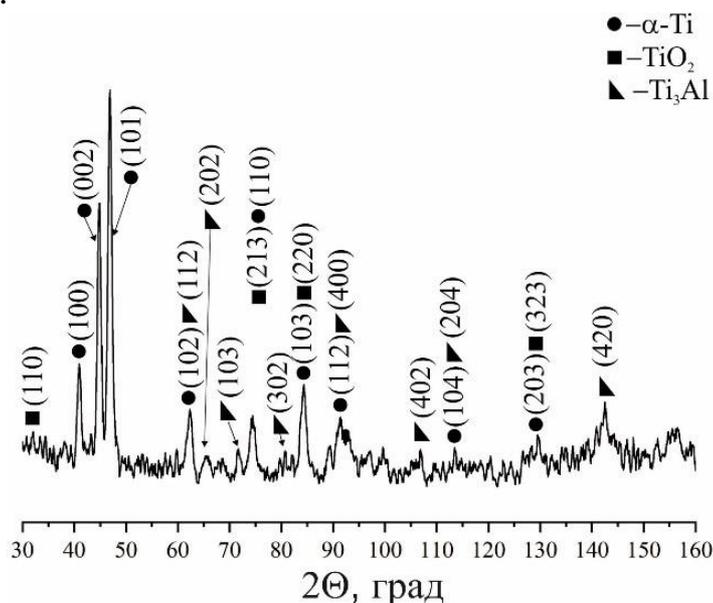


Рисунок 2 – Рентгенограммы образцов СМК- и УМЗ-сплавов, имплантированных ионами Al с различными дозами

Для определения элементного состава в поверхностном слое имплантированного сплава ВТ1-0 было использовано два метода: метод электронной ОЖЕ-спектроскопии и метод ЭДС. Установлено, что концентрационный профиль алюминия независимо от дозы имплантации, как и от исходного размера зерна, имеет один максимум. Концентрация алюминия при имплантации с малой дозой существенно ниже концентрации кислорода. Это свидетельствует о том, что в поверхностном слое, наряду с интерметаллидными фазами, будут образовываться также оксидные фазы – оксиды титана и алюминия. Увеличение дозы имплантации приводит к монотонному уменьшению концентрации кислорода в образцах СМК-сплава и сложному изменению при постепенном уменьшении в образцах УМЗ-сплава. Увеличение дозы имплантации приводит к увеличению максимальной концентрации алюминия. Увеличение дозы имплантации приводит к смещению максимума концентрации алюминия к верхней границе ионно-легированного слоя. Из данных ОЖЕ-спектроскопии следует, что даже на глубине 1 – 2 мкм концентрация алюминия может составлять суммарно до 2,5 ат. %. Поэтому можно заключить, что проявляется эффект «дальнодействия», связанный с присутствием внедренной примеси на большую глубину вследствие радиационно-стимулированной диффузии. Толщина ионно-легированного слоя не

зависит от дозы имплантации и в сплаве, находящемся в СМК-состоянии, составляет величину  $\sim 200$  нм, в УМЗ-состоянии – 350 нм. Данные полученные методом ОЖЕ-спектроскопии, подтверждаются данными ЭДС.

Установлено, что имплантация ионами алюминия сплава ВТ1-0 приводит к формированию градиентной структуры, состоящей из 5 слоев (рисунок 3): 1 – оксидный слой; 2 – ионно-легированный слой; 3 – слой с измельченной зеренной структурой; 4 – слой остаточного влияния имплантации; 5 – слой с исходной зеренной структурой.

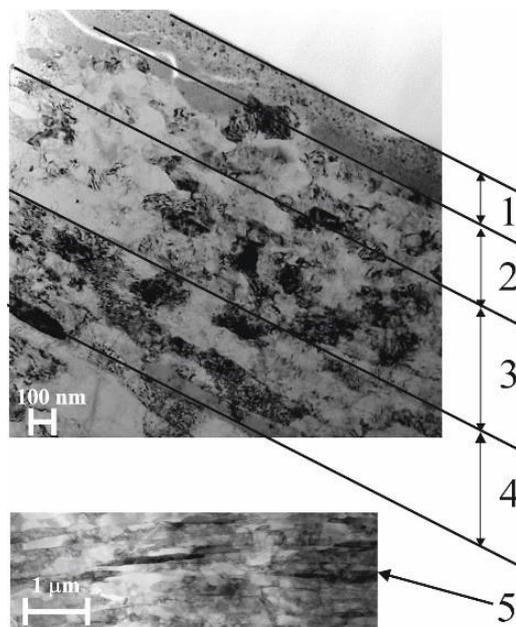


Рисунок 3 – Поперечное сечение образца сплава ВТ1-0 в УМЗ-состоянии после имплантации ионами алюминия (1–5 – номера слоев градиентной структуры)

Размер слоев зависит как от размера зерна мишени, так и дозы ионной имплантации. Также все слои градиентной структуры различаются протяженностью: чем дальше удален слой от поверхности облученного образца (чем больше номер слоя), тем больше толщина слоя.

Рассмотрены фазовый состав и места их локализации. Установлено методом ПЭМ, что слой 1 (оксидная пленка) содержит отдельные частицы, размер которых не превышает 20 нм (рисунок 4).

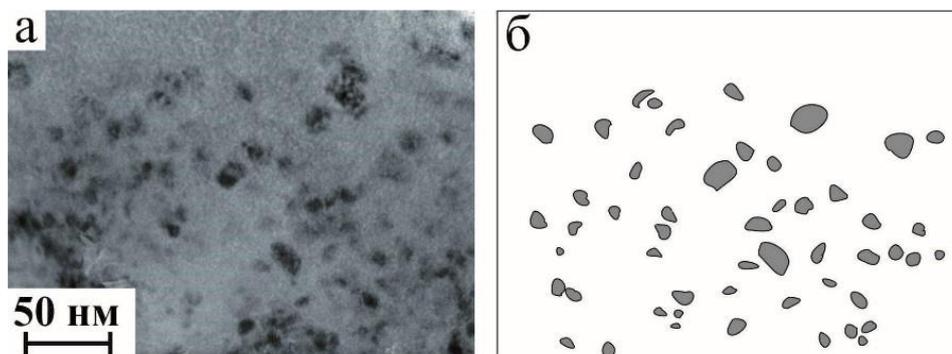


Рисунок 4 – Электронно-микроскопическое и схематическое изображения тонкой структуры слоя: а – светлопольное изображение; б – его схема

Анализ нанодифракционных картин показал наличие целого ряда фаз, а именно,  $\alpha$ -Ti, оксидов алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) и титана ( $\text{TiO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ) и алюминидов ( $\text{Ti}_3\text{Al}$  и  $\text{TiAl}_3$ ). Было установлено, что фазы  $\text{TiAl}_3$ ,  $\text{Ti}_3\text{Al}$  и  $\alpha$ -Ti имеют вид отдельно расположенных частиц (нанозерен), а оксиды Al и Ti представляют собой основу пленки.

Проведенные исследования показали, что в ионно-легированном слое (слое 2) имплантация приводит к измельчению зеренной структуры по всей толщине этого слоя, что хорошо видно из рисунка 3. Как видно из рисунка 5 а, в этом слое трудно выделить границы отдельных зерен  $\alpha$ -Ti, являющейся матрицей слоя.

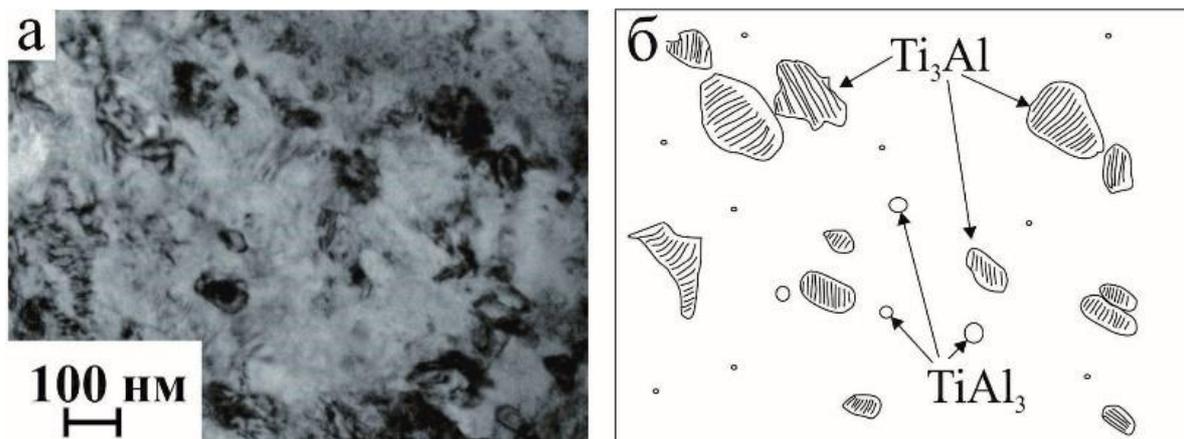


Рисунок 5 – Электронно-микроскопическое и схематическое изображения тонкой структуры слоя 2 (на схеме отмечены только зерна  $\alpha$ -Ti, содержащие частицы фазы  $\text{Ti}_3\text{Al}$ , и частицы фазы  $\text{TiAl}_3$ ): а – светлопольное изображение; б – его схема

Из рисунка 5 а также видно, что в слое 2 присутствуют зерна двух типов. Первый тип – это зерна, практически свободные от дислокаций. Дифракционный анализ показал, что это зерна  $\alpha$ -Ti. Второй тип – зерна, внутри которых присутствуют частицы пластинчатой формы. Это хорошо демонстрирует схематическое изображение, представленное на рисунке 5 б. Методом ПЭМ было установлено, что кроме частиц интерметаллида  $\text{Ti}_3\text{Al}$ , находящихся внутри зерен  $\alpha$ -Ti, в слое 2 присутствуют частицы еще одного интерметаллида –  $\text{TiAl}_3$ . Это упорядоченная фаза со сверхструктурой  $\text{D0}_{22}$ , обладающая ОЦТ-кристаллической решеткой (пространственная группа  $I4/mmm$ ). Частицы фазы  $\text{TiAl}_3$  в этом слое имеют форму, близкую к округлой, и располагаются случайным образом. Кроме интерметаллидных фаз в структуре слоя 2 присутствуют оксиды.

Слой 3 (слой с измельченной зеренной структурой) Морфологически подобен слою 2 (рисунок 6). А именно, во-первых, установлено, что ионная имплантация приводит к измельчению зеренной структуры, однако в этом слое средний размер зерна выше, чем в слое 2 (рисунок 3). Во-вторых, фазовый состав в слое 3 такой же, как и в слое 2, то есть матрицей является фаза  $\alpha$ -Ti, также присутствуют интерметаллиды  $\text{TiAl}_3$  и  $\text{Ti}_3\text{Al}$  и оксиды  $\text{TiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . При этом форма частиц и их расположение в слое 3 также совпадают (рисунок 6). Отличие данных слоев заключается только в размере частиц и объемной доле интерметаллидных фаз.

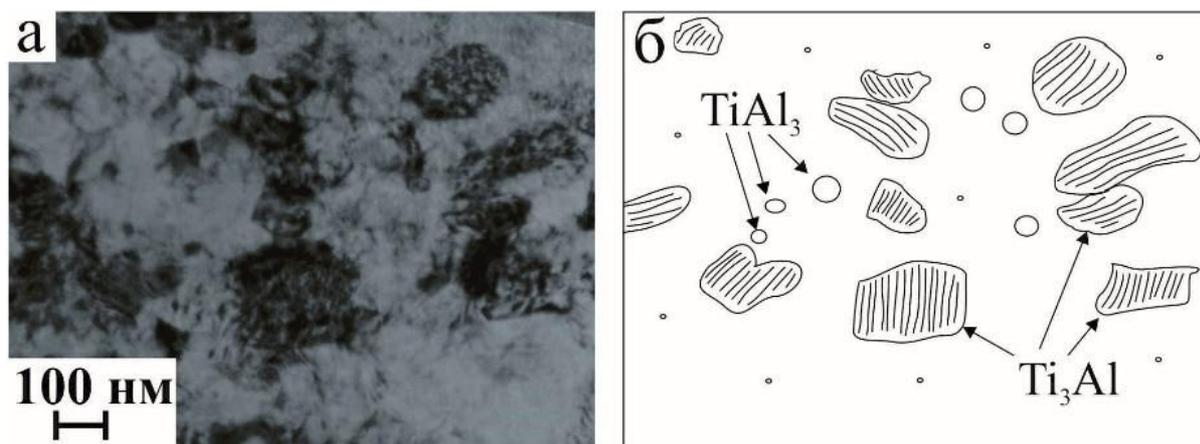


Рисунок 6 – Электронно-микроскопическое и схематическое изображения тонкой структуры слоя 3 (на схеме отмечены только зерна  $\alpha$ -Ti, содержащие частицы фазы  $Ti_3Al$ , а также частицы фазы  $TiAl_3$ ): а – светлопольное изображение; б – его схема

В слое 4 (слой остаточного влияния имплантации) было установлено, что в этом слое зерна  $\alpha$ -Ti начинают приобретать четкие границы. Зерна  $\alpha$ -Ti становятся анизотропными (рисунок 7). Изменение среднего поперечного размера зерна по мере удаления от поверхности образца изменяется в пределах от 0,07 мкм до 0,075 мкм, а среднего продольного размера зерна от 0,13 мкм до 0,23 мкм.

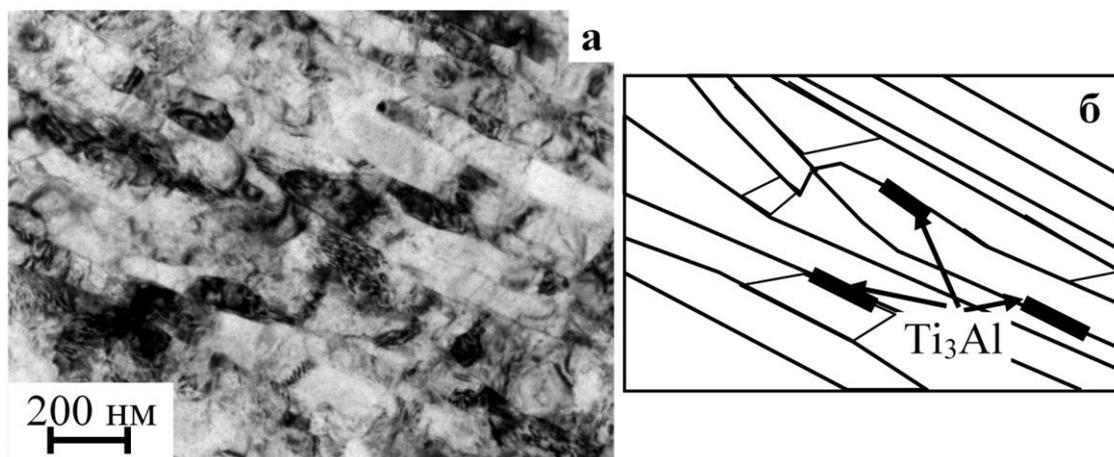


Рисунок 7 – Электронно-микроскопическое и схематическое изображения тонкой структуры первой слоя 4: а – светлопольное изображение; б – его схема

Фазовый состав по всей глубине слоя содержит оксидные фазы титана и интерметаллидные фазы  $TiAl_3$  и  $Ti_3Al$ . Однако, расположение частиц фазы  $Ti_3Al$  изменяется: теперь в этом слое частицы располагаются только по границам зерен  $\alpha$ -Ti, а частицы фазы  $TiAl_3$  отсутствуют полностью (рисунок 7). Кроме интерметаллидной фазы  $Ti_3Al$  в слое 4 присутствуют только оксиды  $TiO_2$ , оксиды алюминия в слое 4 не обнаружены.

В слое 5 (слой с исходной зеренной структурой) размер зерна и фазовый состав соответствует исходному состоянию.

Были изучены изменения средних размеров (продольного и поперечного) зерен по мере удаления от имплантированной поверхности в образцах сплава ВТ1-

0 (рисунок 8), находящегося в СМК- и УМЗ-состояниях. Значения средних размеров зерен сплава ВТ1-0 в исходном состоянии (перед имплантацией) на рисунке 8 отмечены пунктирными линиями. Видно, что как в СМК-, так и в УМЗ-состоянии на поверхности образца (в слое 2) независимо от дозы ионная имплантация приводит к измельчению зеренной структуры, в которой средний коэффициент анизотропии  $L/d \sim 1$ . Проведенные исследования показали, что увеличение дозы ионной имплантации слабо влияет на изменение поперечного размера зерна (рисунок 8). Это означает, что формирование поперечных границ идет намного интенсивнее, чем продольных. Кроме того, также видно, что изменение среднего продольного размера зерна существенно зависит от дозы имплантации, а именно, чем больше доза имплантации, тем слабее измельчение зерна.

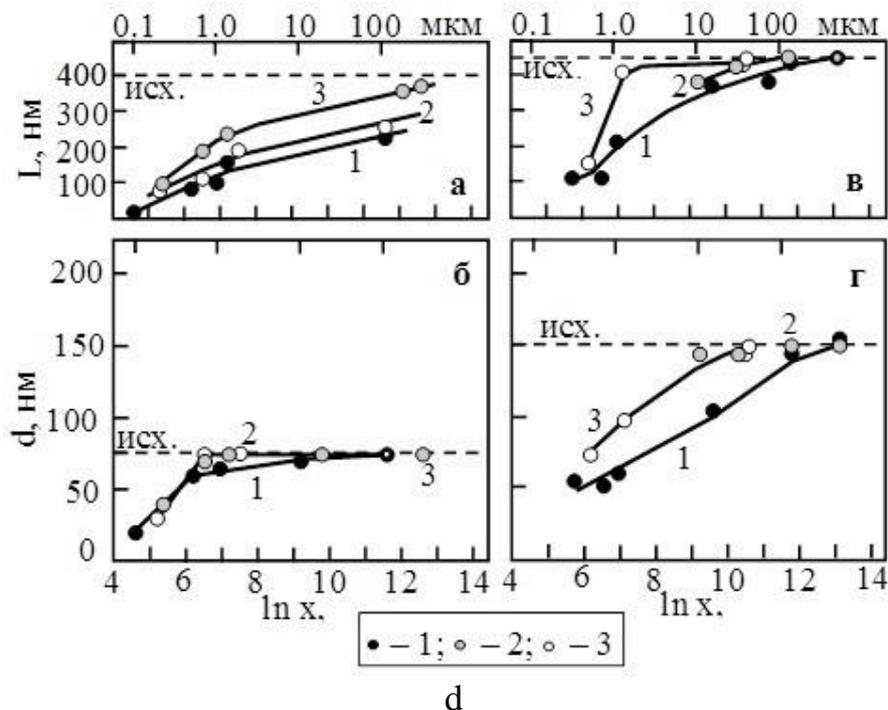


Рисунок 8 – Влияние дозы имплантации на изменение среднего размера зерен  $\alpha$ -Тi по мере удаления от поверхности образца: 1 –  $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>; 2 –  $5 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>; 3 –  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>; а, б – СМК-состояние; в, г – УМЗ-состояние; а, в – продольный размер зерна L; б, г – поперечный d

Установлено, что чем меньше исходный размер зерна (СМК-состояние), тем сильнее происходит измельчение зерен (как продольного, так и поперечного) вблизи поверхности образца. Увеличение дозы ионной имплантации слабо влияет на изменение поперечного размера зерна, но существенно влияет на изменение продольного размера: чем больше доза имплантации, тем слабее измельчение. В-третьих, поведение зеренной структуры свидетельствует о том, что как в СМК-, так и в УМЗ-состоянии ионная имплантация независимо от дозы приводит к образованию градиентной структуры.

**Пятая глава** «Влияние имплантации на образование градиентной структуры в сплаве ВТ1-0 в МЗ-состоянии» описывает градиентную структуру сплава Тi-МЗ после имплантации ионами алюминия при различных дозах ( $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> и  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>).

Методом РФА (методом скользящего пучка, с углом скольжения  $3^\circ$ ) установлено, что фазовый состав сплава при всех дозах ионной имплантации состоит из, сплава является фазы  $\alpha$ -Ti (матрица сплава), а также присутствуют интерметаллид  $Ti_3Al$ ,  $TiAl_3$  и оксид  $TiO_2$ .

Для определения элементного состава в поверхностном слое имплантированного сплава VT1-0 был использован метод ЭДС. Концентрационный профиль алюминия независимо от дозы имплантации имеет один максимум, концентрация алюминия ниже концентрации кислорода. Это свидетельствует о том, что в поверхностном слое, наряду с интерметаллидными фазами, будут образовываться также оксидные фазы. Увеличение дозы имплантации приводит к увеличению максимальной концентрации алюминия и приводит к смещению максимума концентрации алюминия к верхней границе ионно-легированного слоя. Толщина ионно-легированного слоя не зависит от дозы имплантации и составляет величину  $\sim 800$  нм.

Проведенные методом ПЭМ исследования показали, что по мере удаления от поверхности обработанного образца градиентная структура представляет собой 5 слоев: 1 слой – это оксидный слой; 2 слой – ионно-легированный слой; 3 – слой с измельченной зеренной структурой; 4 – слой остаточного влияния имплантации; 5 – слой с исходной зеренной структурой. Установлено, что увеличение дозы имплантации не влияет на наличие перечисленных слоев, но изменяет размер каждого слоя. В работе установлено, что все слои градиентной структуры различаются толщиной: чем дальше удален слой от поверхности облученного образца (чем больше номер слоя), тем больше толщина слоя.

Матрицей всех слоев является фаза  $\alpha$ -Ti, а слой 1 (оксидный слой) представляет собой пленку, содержащую преимущественно кислород, который находится в оксидах алюминия ( $Al_2O_3$ ) и титана (TiO,  $TiO_2$ ). В пленке присутствуют отдельно расположенные частицы, средний размер которых  $\sim 20$  нм, было установлено, что это нанозерна  $\alpha$ -Ti и интерметаллидов  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$ .

Проведенные исследования показали, что слои 2 и 3 независимо от дозы ионной имплантации характеризуются образованием двух типов зерен. Первый тип – это зерна  $\alpha$ -Ti, практически свободные от дислокаций. Второй тип – зерна  $\alpha$ -Ti, внутри которых присутствуют частицы пластинчатой формы. Соответствующие примеры приведены на рисунке 9.

В слоях 4 и 5 зерна  $\alpha$ -Ti – это смесь крупных и мелких изотропных зерен, как и в исходном состоянии, средний размер которых интенсивно увеличивается и во второй половине слоя 4 достигает среднего исходного значения. Независимо от дозы имплантации в слоях различен состав вторичных фаз, а также форма частиц этих фаз, их средний размер, объемная доля и расположение частиц в слое.

Увеличение дозы ионной имплантации приводит к уменьшению среднего размера двухфазных зерен ( $\alpha$ -Ti+ $Ti_3Al$ ) в слоях 2 и 3, но при этом всегда в слое 3 оказывается больше, чем в слое 2 (таблица 2). Объемная доля двухфазных зерен в слое 3 также выше, чем в слое 2, а с увеличением дозы ионной имплантации еще более увеличивается (таблица 2).

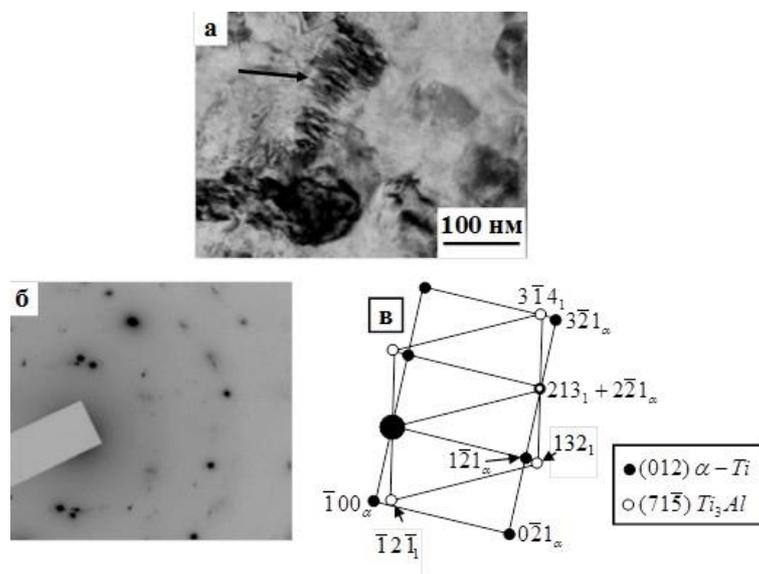


Рисунок 9 – ПЭМ-изображение двухфазных зерен ( $\alpha$ -Ti+Ti<sub>3</sub>Al) в слое 2 имплантированного с дозой  $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> сплава VT1-0 в МЗ-состоянии: а – светлопольное изображение; б – микродифракционная картина, полученная с двухфазного зерна ( $\alpha$ -Ti+Ti<sub>3</sub>Al), обозначенного на (а) стрелкой; в – ее индцированная схема

Таблица 2 – Влияние дозы ионной имплантации на размер и объемную долю двухфазных зерен ( $\alpha$ -Ti+Ti<sub>3</sub>Al) в слоях 2 и 3 в МЗ-состоянии сплава VT1-0

Доза имплантации, ион/см <sup>2</sup>	Слой 2		Слой 3	
	Размеры зерен ( $\alpha$ -Ti + Ti <sub>3</sub> Al), нм	Об. доля	Размеры зерен ( $\alpha$ -Ti + Ti <sub>3</sub> Al), нм	Об. доля
$1 \times 10^{17}$	60 × 140	30 %	120 × 300	40 %
$10 \times 10^{17}$	60 × 165	35 %	75 × 175	55 %

Средний размер частиц Ti<sub>3</sub>Al внутри двухфазных зерен в слое 3 больше, чем в слое 2 (таблица 3). Однако, с увеличением дозы имплантации средний размер частиц Ti<sub>3</sub>Al несколько уменьшается, тем не менее, оставаясь в слое 3 больше, чем в слое 2 (таблица 3). А так как в слое 3 больше размер и объемная доля зерен  $\alpha$ -Ti, содержащих фазу Ti<sub>3</sub>Al (двухфазных зерен), поэтому в слое 3 объемная доля фазы Ti<sub>3</sub>Al больше, чем в слое 2 (таблица 3).

Таблица 3 – Влияние дозы ионной имплантации на размер и объемную долю интерметаллидных фаз в слоях 2 и 3 в МЗ-состоянии сплава VT1-0

Доза, ион/см <sup>2</sup>	Слой 2				Слой 3			
	Ti <sub>3</sub> Al		TiAl <sub>3</sub>		Ti <sub>3</sub> Al		TiAl <sub>3</sub>	
	d, нм	$\delta$ , %	d, нм	$\delta$ , %	d, нм	$\delta$ , %	d, нм	$\delta$ , %
$1 \times 10^{17}$	3 × 40	1,2 %	50	2,3 %	8 × 80	2,5 %	65	6,0 %
$10 \times 10^{17}$	5 × 20	4,3 %	50	3,0 %	5 × 50	5,5 %	30	1,5 %

Отличительной особенностью структуры слоя 4 является расположение частиц фазы  $TiAl_3$  – теперь частицы находятся не только в стыках крупных зерен, а также на их границах и внутри (рисунок 10). Проведенный анализ показал, что частицы  $TiAl_3$ , расположенные в стыках и на границах крупных зерен обладают округлой формой, средний размер их  $\sim 80$  нм, объемная доля частиц, расположенных в стыках – 0,2 %, на границах – 0,3 %.

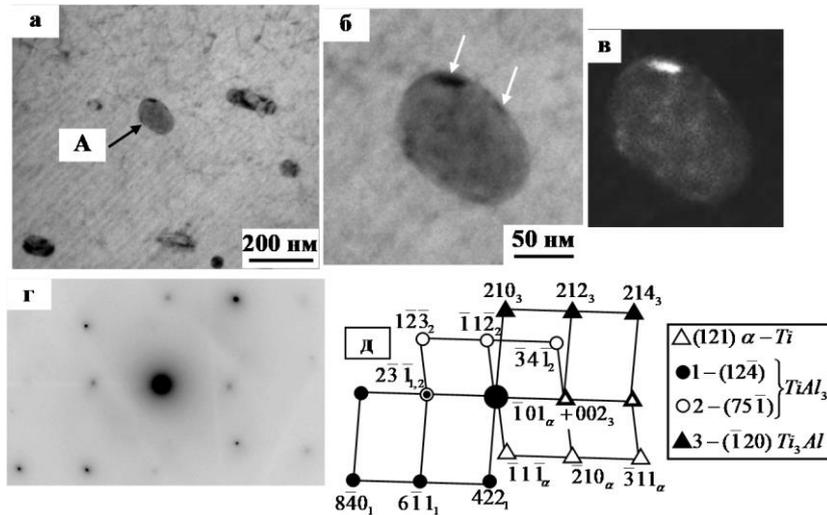


Рисунок 10 – ПЭМ- изображение имплантированного с дозой  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> сплава BT1-0 в МЗ-состоянии. Белыми стрелками на (б) отмечены частицы фазы  $Ti_3Al$

Частицы фазы  $TiAl_3$ , расположенные внутри зерен также обладают округлой формой, их средний размер составляет  $\sim 50$  нм, объемная доля – 0,8 %. Проведенное индентирование микродифракционной картины показало, что кроме фазы  $\alpha$ -Ti (матрица сплава) присутствуют фазы  $TiAl_3$  и  $Ti_3Al$ . Частицы  $Ti_3Al$  имеют пластинчатую форму, их средний размер –  $5 \times 35$  нм, объемная доля в крупных зернах составляет 0,1 %.

Изменение объемных долей интерметаллидных фаз по мере удаления от поверхности образца в сплаве BT1-0, имплантированном ионами алюминия, приведено на рисунке 11.

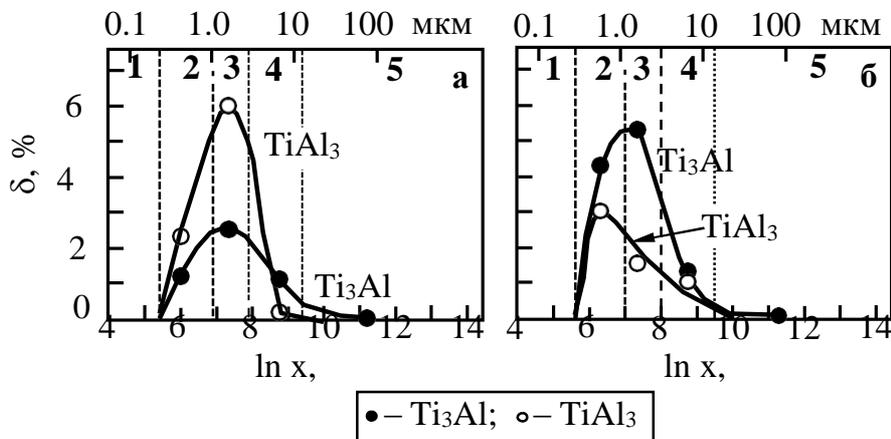


Рисунок 11 – Изменения объемных долей интерметаллидных фаз по мере удаления от имплантированной с разными дозами поверхности в глубь образца сплава BT1-0 (1–5 – номера слоев градиентной структуры)

Из рисунка 11 видно, что объемные доли интерметаллидных фаз достигают максимального значения в слое 3 – слое с измельченной зеренной структурой. В ионно-имплантированном слое (слой 2) объемные доли интерметаллидных фаз имеют меньшие значения.

**Шестая глава** «Механизмы упрочнения сплава ВТ1-0 до и после имплантации ионами алюминия» описывает вклады всех механизмов упрочнения в предел текучести имплантированного при разных дозах сплава ВТ1-0 в различных структурных состояниях.

Исследования показали, что в СМК- и УМЗ-структурных состояниях независимо от дозы имплантации наибольшее упрочнение сплава ВТ1-0 обеспечивается слоями 2 (ионно-легированный слой) и 3 (слой с измельченной зеренной структурой). В ионно-легированном слое (слое 2) основной вклад в упрочнение сплава вносят твердорастворное упрочнение ( $\Delta\sigma_{тв}$ ) и внутренние локальные напряжения ( $\Delta\sigma_{\delta}$ ), а также зернограничное упрочнение ( $\Delta\sigma_z$ ) и упрочнение частицами вторых фаз ( $\Delta\sigma_{оп}$ ). В слое с измельченной зеренной структурой (слое 3) величина этих вкладов уменьшается, однако они продолжают вносить основной вклад в упрочнение сплава. В слое остаточного влияния имплантации (слое 4) в первой половине этого слоя величина основных вкладов продолжает уменьшаться, и во второй половине слоя 4 все вклады сравниваются со своими исходными значениями. В слое с исходной зеренной структурой (слое 5) величина всех вкладов соответствует своим исходным значениям. В-третьих, в слоях 4 и 5 основное упрочнение сплава ВТ1-0 в СМК-состоянии обеспечивается зернограничным упрочнением ( $\Delta\sigma_z$ ).

Изменение величины предела текучести имплантированного с различными дозами сплава ВТ1-0 в СМК-состоянии по мере удаления от поверхности образца представлено на рисунке 12.

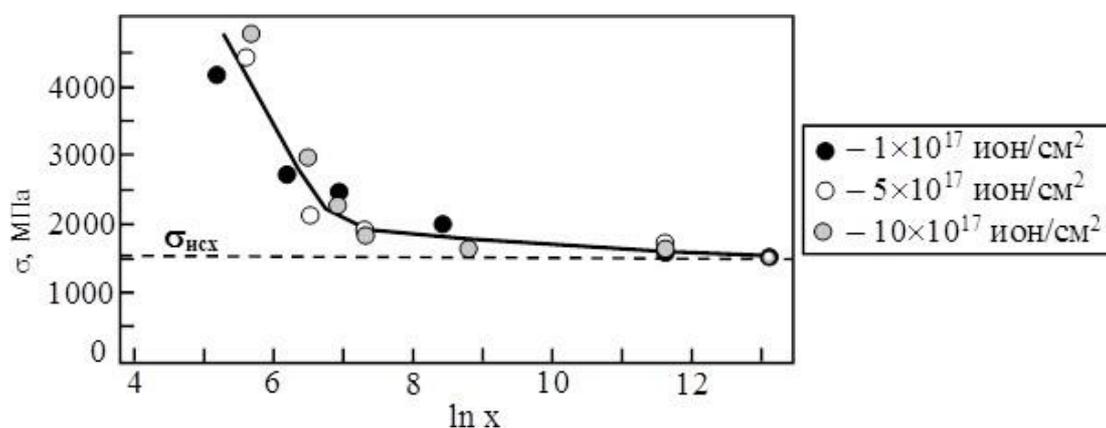


Рисунок 12 – Изменение величины предела текучести имплантированного с различными дозами сплава ВТ1-0 в СМК-состоянии по мере удаления от поверхности образца

Величина предела текучести в сплаве ВТ1-0 в СМК- и УМЗ-состоянии, во-первых, слабо зависит от дозы имплантации. На поверхности имплантированных образцов величина предела текучести в СМК-состоянии практически в 3 раза больше по сравнению с исходным (не имплантированным) состоянием сплава, а в

УМЗ-состоянии в 2,5 раза. По мере удаления от имплантированной поверхности величина предела текучести вначале (в слоях 2, 3 и первой половине слоя 4) интенсивно уменьшается, затем (во второй половине слоя 4) скорость уменьшения резко замедляется и постепенно уменьшается до исходного значения.

Наибольшее упрочнение сплава ВТ1-0 в МЗ-состоянии обеспечивается слоями 2 (ионно-легированный слой) и 3 (слой с измельченной зеренной структурой). Во-вторых, в ионно-легированном слое (слое 2) основной вклад в упрочнение сплава вносят, прежде всего, внутренние локальные напряжения ( $\Delta\sigma_{\text{д}}$ ) и твердорастворное упрочнение ( $\Delta\sigma_{\text{тв}}$ ), существенный вклад вносят зернограничное упрочнение ( $\Delta\sigma_{\text{з}}$ ) и упрочнение частицами вторых фаз ( $\Delta\sigma_{\text{ор}}$ ). В слое с измельченной зеренной структурой (слое 3) величина этих вкладов уменьшается, однако они продолжают вносить наиболее существенный вклад в упрочнение сплава. В слое остаточного влияния имплантации (слое 4) и в слое с исходной зеренной структурой (слое 5) все вклады практически сравниваются и приближаются к своим исходным значениям. В-третьих, в слоях 4 и 5 зернограничным упрочнением ( $\Delta\sigma_{\text{з}}$ ) уже не является основным. Напомним, что в слоях 4 и 5 имплантированного сплава ВТ1-0 в МЗ-состоянии зеренная структура представлена крупными зернами (средний размер равен 2 мкм), в стыках которых располагаются мелкие зерна (средний размер равен 0,3 мкм). Объемная доля мелких зерен составляет 15%, средний размер зерен – 1,7 мкм.

Изменение величины предела текучести имплантированного с различными дозами сплава ВТ1-0 в МЗ-состоянии по мере удаления от поверхности образца представлено на рисунке 13.

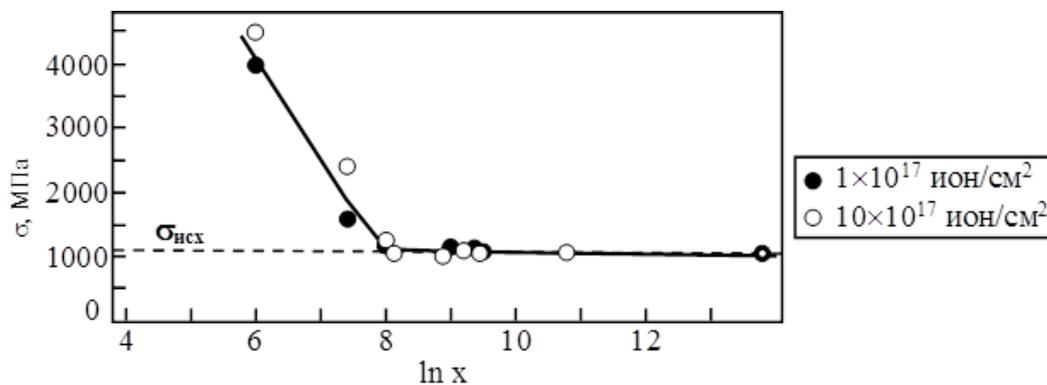


Рисунок 13 – Изменение величины предела текучести имплантированного с различными дозами сплава ВТ1-0 в МЗ-состоянии по мере удаления от поверхности образца (в среднем по материалу)

Хорошо видно, что величина предела текучести в сплаве ВТ1-0 в МЗ-состоянии слабо зависит от дозы имплантации. На поверхности имплантированных образцов величина предела текучести практически в 4 раза больше по сравнению с исходным (не имплантированным) состоянием сплава. По мере удаления от имплантированной поверхности величина предела текучести в слоях 2, 3 интенсивно уменьшается и к началу слоя 4 практически достигает исходного значения. Таким образом, основное упрочнение сплава ВТ1-0 в МЗ-состоянии наблюдается только в слоях 2 и 3.

## Выводы

1. Исследовано структурно-фазовое состояние градиентных модифицированных слоев сплава ВТ1-0 в СМК ( $d = 0,08$  мкм,  $L = 0,4$  мкм), УМЗ ( $d = 0,15$  мкм,  $L = 0,45$  мкм) и МЗ-состояниях ( $d = 1,7$  мкм), полученных в условиях имплантации ионами алюминия (дозы имплантации:  $1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>,  $5 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>,  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) и выявлены структурные факторы, влияющие на упрочнение сплава ВТ1-0.

2. Установлено, что для всех мишеней имплантация приводит к образованию пяти градиентных слоев, различающихся фазовому составу, микроструктуре и толщине (X): 1 – оксидный слой ( $X = 100 \div 200$  нм); 2 – ионно-легированный слой ( $X = 200 \div 800$  нм); 3 – слой с измельченной зеренной структурой ( $X = 1,1 \div 2$  мкм); 4 – слой остаточного влияния имплантации (толщина  $100 \div 500$  мкм); 5 – слой с исходной зеренной структурой ( $X = 1500 \div 1987$  мкм). Толщина градиентных слоев определяется исходным структурным состоянием мишени и дозой (концентрацией) имплантации ионами алюминия.

3. Установлено, что оксидный слой (слой 1), во всех мишенях (Ti-СМК, Ti-УМЗ и Ti-МЗ) и при всех дозах имплантации представляет собой аморфную пленку, содержащую  $Al_2O_3$ , TiO,  $TiO_2$  внутри которой присутствуют вторичные выделения нанозерен  $\alpha$ -Ti,  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$  с размером до 20 нм. Толщина оксидного слоя по мере увеличения размера зерна мишени и дозы имплантации увеличивается: Ti-СМК: от 100 до 230 нм, Ti-УМЗ: от 200 до 280 нм и Ti-МЗ: от 230 до 280 нм.

4. Установлено, что ионная имплантация приводит к реструктуризации ионно-легированного слоя (слой 2) для Ti-СМК, Ti-УМЗ и Ti-МЗ сплавов. Присутствуют зерна двух типов: 1) зерна  $\alpha$ -Ti свободные от дислокаций; 2) двухфазные зерна на основе  $\alpha$ -Ti и пластинчатых частиц  $Ti_3Al$  (размер от  $50 \times 90$  нм до  $200 \times 400$  нм). Объемная доля и размер частиц которых возрастает с ростом дозы облучения. В слое 2 присутствуют также частицы оксидов титана и интерметаллида –  $TiAl_3$  (до 60 нм) распределенные по объему слоя. Толщина ионно-легированного слоя (слой 2) возрастает от 200 нм до 800 нм с изменением исходного размера матричного зерна, обусловленное радиационно-диффузионными процессами в мишени.

5. Установлено, что в имплантированном образце выделяется слой со значительным измельчением зеренной структуры ( $X = 1,1$  мкм  $\div$  2 мкм) (слой 3) с идентичным фазовым составом ( $\alpha$ -Ti,  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$ ,  $Al_2O_3$ , TiO,  $TiO_2$ ). Увеличение дозы имплантации независимо от исходного размера зерна приводит к уменьшению толщины слоя: Ti-СМК от 1,1 мкм до 0,4 мкм, в Ti-УМЗ от 0,77 мкм до 0,7 мкм, в Ti-МЗ до 1800 мкм.

6. Установлено, что фазовый состав в слое 4 (слой остаточного влияния имплантации) для всех типов мишени и дозы имплантации содержит оксидные фазы титана и интерметаллидные фазы  $TiAl_3$  и  $Ti_3Al$ . По мере удаления от облученной поверхности вглубь сплава объемная доля интерметаллидных фаз уменьшается. В Ti-СМК, Ti-УМЗ и Ti-МЗ фаза  $Ti_3Al$  располагаются только по границам крупных зерен  $\alpha$ -Ti, а  $TiAl_3$  – в стыках зерен только для Ti-МЗ. Частицы

TiO<sub>2</sub> присутствуют внутри как крупных (~ 2 мкм), так и мелких (размер ~0,3 мкм) зерен α-Ti.

7. Исследовано влияние ионной имплантации на упрочнение сплава ВТ1-0. Установлено, что основное упрочнение обеспечивается слоем 2 (ионно-легированный слой) во всех мишенях и дозах ионной имплантации, обусловленное внутренними локальными напряжениями ( $\Delta\sigma_d$ ) и твердорастворным упрочнением ( $\Delta\sigma_{ТВ}$ ).

8. Упрочнение сплава в слое 3 (слой с измельченной зеренной структурой) меньше, чем в слое 2 в два раза при этом вклады ( $\Delta\sigma_d$ ,  $\Delta\sigma_z$ ,  $\Delta\sigma_{ор}$ ) одинаковы, а вклад  $\Delta\sigma_{ТВ.р}$  в 2 раза ниже. При увеличении дозы имплантации до  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> основной вклад в упрочнение вносит  $\Delta\sigma_d$  и  $\Delta\sigma_{ор}$  практически в равных количествах. По мере удаления от обработанной поверхности все вклады постепенно уменьшаются и становятся равными исходному состоянию при всех дозах ионной имплантации.

### **Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:**

*Статьи в журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук:*

1. Курзина И.А. Влияние дозы облучения на упрочнение ультрамелкозернистого титана / Курзина И.А., **Никоненко А.В.**, Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Калашников М.П. // Вестник Тамбовского университета. Серия : естественные и технические науки. – 2013. – Т. 18, вып. 4. – С. 1703-1704.

2. **Никоненко А.В.** Влияние размера зерна на механические свойства α-титана, имплантированного ионами алюминия / Никоненко А.В., Курзина И.А., Калашников М.П., Попова Н.А. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2013. – Т. 10, № 1. – С. 35-43.

3. **Никоненко А.В.** Влияние размера зерна на упрочнение сплава ВТ1-0, имплантированного ионами алюминия / Никоненко А.В., Попова Н.А., Калашников М.П., Никоненко Е.Л., Курзина И.А. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2014. – Т. 11, № 4. – С. 437-443.

4. **Никоненко А.В.** Влияние размера зерна на дисперсионное упрочнение α-титана, имплантированного ионами алюминия / Никоненко А.В., Попова Н.А., Калашников М.П., Никоненко Е.Л., Курзина И.А. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2015. – Т. 12, № 1. – С. 85-88.

5. **Никоненко А.В.** Размер зерна и дисперсионное упрочнение альфа-титана, имплантированного ионами алюминия / Никоненко А.В., Попова Н.А., Калашников М.П., Никоненко Е.Л., Курзина И.А. // Фазовые переходы, упорядоченные состояния и новые материалы. – 2017. – № 1. – С. 13-16.

6. **Никоненко А.В.** Структурно-фазовое состояние УМЗ титана, имплантированного ионами алюминия / Никоненко А.В., Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Калашников М.П., Окс Е.М., Курзина И.А. // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2019. – Т. 21, № 4. – С. 17-25.

7. **Никоненко А.В.** Влияние дозы имплантации на фазовый состав УМЗ-титана / Никоненко А.В., Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Калашников М.П., Курзина И.А., Окс Е.М. // Известие высших учебных заведений. Физика. – Томск, 2021. – Т. 64, № 2. – С. 100-106.

8. **Nikonenko A.** Influence of the grain size on the dispersion strengthening of VT1-0 alloy implanted with aluminum ions / Nikonenko A., Popova N., Nikonenko E.L., Kalashnikov M., Nikonenko E., Kurzina I. // *Advanced Materials Research*. – 2015. – V. 1085. – P. 294-298. (*Scopus*)

9. Kurzina I. Grain Size effect on the type VT1-0 alloy modified by aluminum ion implantation / Kurzina I., **Nikonenko A.**, Popova N., Nikonenko E., Kalashnikov M. // *Key Engineering Materials* – 2016. – V. 670. – P. 144-151. (*Scopus*)

10. **Nikonenko A.** Hardening by Ion Implantation of VT1-0 Alloy Having Different Grain Size / Nikonenko A., Popova N., Nikonenko E., Kalashnikov M., Kurzina I. // *Advanced Materials with Hierarchical Structure for New Technologies and Reliable Structures AIP Conf. Proc.* 1698, 050003-1-050003-8. (*Web of Science*)

11. **Nikonenko A.V.** Modification of structural phase state and mechanical properties of poly-grained titanium alloy implanted by aluminum ions (статья) / Nikonenko A.V., Popova N.A., Nikonenko E.L., Kalashnikov M.P., Kurzina I.A. // *IOP Conf. Series*. – 2016. – V. 112. – P. 012032 (1-6). (*Scopus*)

12. **Nikonenko A.** Grain Shape and Size and Structural and Phase Conditions Modified by Aluminum Ion Implantation in UFG Titanium / Nikonenko A., Popova N., Nikonenko E.L., Kalashnikov M., Kurzina I. // *AIP Conf. Proc.* – 2016. – V. 1772. – P. 030007 (1-7). (*Web of Science*)

13. Fedoruscheva M.V. The structure-phase state and microhardness of the surface layer of the VT1-0 titanium alloys treated by copper ions / Fedoruscheva M.V., Kalashnikov M.P., Bozhko I.A., Sergeev V.P., Nikonenko A.V. // *Vacuum-2018*. – V. 149. – P. 150–155

14. **Nikonenko A.** Influence of Implantation on the Grain Size and Structural-Phase State of UFG-Titanium / Nikonenko A., Popova N., Nikonenko E., Kalashnikov M., Kurzina I. // *AIP Conf. Proc.* – 2019. – V. 2167. – P. 020243 (1-4). (*Web of Science*)

15. **Nikonenko A.V.** The effect of aluminum ion implantation on the grain size and structure of UFG titanium / A.V. Nikonenko, N.A. Popova, E.L. Nikonenko, I.A. Kurzina // *Surface & Coatings Technology*. – 2020. – V. 393. (*Scopus*)

16. **Nikonenko A.V.** Structural-phase state of UFG-titanium implanted with aluminum ions / A.V. Nikonenko, N.A. Popova, E.L. Nikonenko, M.P. Kalashnikov, I.A. Kurzina // *Solid state phenomena*. – 2020. – V. 303. – P. 161-168. (*Scopus*)

17. N.A. Popova Phase Composition of Ultra-Fine Grain Titanium After Aluminum Ion Implantation / N.A. Popova, E.L. Nikonenko, I.A. Kurzina, **A.V. Nikonenko**, M.P. Kalashnikov, E.M. Oks // *Russian Physics Journal*. – 2021. – V. 64. – P. 302-308. (*Web of Science*)

18. **Nikonenko A.V.** Influence of the aluminum ion implantation dose on the phase composition of submicrystalline titanium / A.V. Nikonenko, N.A. Popova, E.L. Nikonenko, M.P. Kalashnikov, E.M. Oks, I.A. Kurzina // *Vacuum*. – 2021. – V. 189. – P. 110230.

Тираж . Заказ .  
Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники.

634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.  
Тел. (3822) 533018.