

Формирование градиентной структуры в сплаве ВТ1-0 под действием имплантации / А.В. Никоненко, Н.А. Попова, Е.Л. Никоненко, М.П. Калашников, И.А. Курзина // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2021. – Т. 23, № 4. – С. 15–23. DOI: 10.15593/2224-9877/2021.4.02

Nikonenko A.V., Popova N.A., Nikonenko E.L., Kalashnikov M.P., Kurzina I.A. Formation of gradient structure in VT1-0 alloy under the influence of implantation. *Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science*, 2021, vol. 23, no. 4, pp. 15–23. DOI: 10.15593/2224-9877/2021.4.02

ВЕСТНИК ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение
Т. 23, № 4, 2021
Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science
<http://vestnik.pstu.ru/mm/about/inf/>

DOI: 10.15593/2224-9877/2021.4.02
УДК 539.22/23

А.В. Никоненко¹, Н.А. Попова², Е.Л. Никоненко²,
М.П. Калашников³, И.А. Курзина⁴

¹Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Томск, Россия

²Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия

³Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

⁴Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТНОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ ВТ1-0
ПОД ДЕЙСТВИЕМ ИМПЛАНТАЦИИ

Проведено исследование градиентной структуры, возникающей при имплантации ионами алюминия сплава ВТ1-0 (технически чистого титана) в субмикроскопическом состоянии. Для формирования субмикроскопического состояния был применен комбинированный метод многократного одноосного прессования (abc-прессование) с последующей многоходовой прокаткой в ручьевых вальках при комнатной температуре и последующим отжигом 573 К в течение 1 ч. Ионная имплантация проводилась в течение 50 мин при дозе облучения $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² и температуре 623 К. Исследование выполнено методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии на фольгах, вырезанных перпендикулярно обработанной поверхности образца. Установлено, что сформированная имплантацией градиентная структура, состоит из пяти слоев: 1-й – оксидный слой; 2-й – ионно-имплантированный слой; 3-й – слой с измельченной зеренной структурой; 4-й – слой остаточного влияния имплантации; 5-й – слой, соответствующий неимплантированному состоянию сплава. В каждом слое определены фазовый состав, форма и расположение частиц вторых фаз, измерены размеры зерен α -Ti, размеры, плотность распределения и объемные доли выделившихся частиц, проанализировано состояние твердого раствора. Установлено, что основу слоя 1 составляют оксиды алюминия (Al₂O₃) и титана (TiO, TiO₂). Матрицей слоя 2 является пересыщенный атомами Al твердый раствор α -Ti, в слоях 3–5 – твердый раствор α -Ti. Имплантация привела к образованию упорядоченных фаз: Ti₃Al (сверхструктура D0₁₉) и TiAl₃ (сверхструктура D0₂₂). Частицы фазы Ti₃Al в слое 1 присутствуют в виде отдельно расположенных нанозерен, в слоях 2 и 3 обладают пластинчатой формой и располагаются внутри, а в слое 4 по границам зерен α -Ti, в слое 5 отсутствуют. Частицы фазы TiAl₃ в слое 1 присутствуют также в виде нанозерен, в слоях 2 и 3 имеют округлую форму и располагаются случайным образом, в слоях 4–5 отсутствуют.

Ключевые слова: ионная имплантация, градиентная структура, слой, СМК-состояние, концентрация, зерно α -Ti, интерметаллид, оксид, фазовый состав, частица, объемная доля.

A.V. Nikonenko¹, N.A. Popova², E.L. Nikonenko², M.P. Kalashnikov³, I.A. Kurzina⁴

¹Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Tomsk, Russian Federation

²Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russian Federation

³National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russian Federation

⁴National Research Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation

FORMATION OF GRADIENT STRUCTURE IN VT1-0 ALLOY UNDER THE INFLUENCE OF IMPLANTATION

The study of the gradient structure arising at implantation by aluminum ions of VT1-0 alloy (technically pure titanium) in submicroscopic state was carried out. To form the submicroscopic state, a combined method of multiple uniaxial pressing (abc-pressing) followed by multi-step rolling in brook rolls at room temperature and subsequent annealing at 573 K, 1 hour was applied. Ion implantation was performed for 50 minutes at an irradiation dose of $1 \cdot 10^{17}$ ions/cm² and a temperature of 623 K. The study was performed by transmission electron diffraction microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy on foils cut perpendicular to the treated surface of the sample. It has been established that the gradient structure formed by implantation consists of 5 layers: 1 – oxide layer; 2 – ion-implanted layer; 3 – layer with a destroyed grain structure; 4 – residual implantation effect layer; 5 – layer corresponding to the unimplanted state of the alloy. In each layer the phase composition, shape and location of the second phase particles have been determined, the size of α -Ti grains, the size, density of distribution and volume fractions of the separated particles have been measured, and the state of the solid solution has been analyzed. It was established that layer 1 is based on aluminum (Al₂O₃) and titanium (TiO, TiO₂) oxides. The matrix of layer 2 is the α -Ti solid solution oversaturated with Al atoms, in layers 3–5 is the α -Ti solid solution. Implantation led to the formation of ordered phases: Ti₃Al (superstructure D0₁₉) and TiAl₃ (superstructure D0₂₂). The particles of Ti₃Al phase in the layer 1 are present in the form of separately arranged nanograins, in layers 2 and 3 have a lamellar shape and are located inside, and in layer 4 along the grain boundaries α -Ti, in the layer 5 is absent. Particles of the TiAl₃ phase in layer 1 are also present in the form of nanograins, in layers 2 and 3 they have a rounded shape and are arranged randomly, in layers 4–5 they are absent.

Keywords: ion implantation, gradient structure, layer, SMC state, concentration, grain α -Ti, intermetallic, oxide, phase composition, particle, volume fraction.

Введение

Хорошо известно, что при одностороннем воздействии на материал, каким является модификация поверхности потоками ионов, возникают градиентные структуры [1, 2]. В этих структурах по мере удаления от поверхности изменяются такие характеристики, как размеры зерен и субзерен, плотность дефектов и их организация (субструктура) [2, 3]. Одновременно в этом же направлении изменяется концентрация легирующих элементов и примесей, а также температурно-скоростные условия фазовых превращений и степень их завершенности [4, 5]. Изменение химического состава сплава может повлечь за собой соседство принципиально разных структур. В таких структурах может сильно меняться список присутствующих фаз и их морфология [3, 5–8].

Поскольку параметры структуры, концентрация дефектов и фазовый состав в градиентных структурах по мере удаления от поверхности изменяются, должны меняться эксплуатационные и технологические характеристики, такие как твердость и прочность, пластичность и коррозионная стойкость, внутренние напряжения и пр. [9–17].

Градиентные структуры известны давно, однако их изучение затруднено. Первая основная трудность исследования этих структур заключается в строгой необходимости выполнения полных измерений, так как без цифр описать градиентную структуру невозможно. Вторая трудность заключается в необходимости проводить измерения тонких параметров внутренней дефектной структуры на

небольших расстояниях. Это требует прецизионных методов исследования и тщательной отработки методики. Третья трудность заключается в том, что основным методом является применение дифракционной электронной микроскопии на тонких фольгах, причем при разных, кардинально различных увеличениях, что также требует тщательной отработки методики. И наконец, особое значение приобретает исследование градиентной структуры на поперечном сечении обработанного образца.

Целью настоящей работы являлось исследование градиентной структуры, возникающей при имплантации ионами алюминия сплава VT1-0 (технически чистого титана) в субмикроскопическом (СМК) состоянии. Основное внимание уделено качественным и количественным изменениям тонкой структуры в градиентных слоях.

Материал и методы исследования

Материалом исследования являлся сплав VT1-0 (технически чистый титан). Для формирования СМК-состояния был применен комбинированный метод многократного одноосного прессования (abc-прессование) с последующей многоходовой прокаткой в ручьевых вальках при комнатной температуре [18] и последующим отжигом 573 K в течение 1 ч.

Для имплантации ионами алюминия образцов из VT1-0 использована усовершенствованная версия ионного источника Mevva-5.RU, которая характеризуется снижением загрязнения ионного пучка продуктами эрозии катододержателя и электродов системы извлечения [19]. Ионная имплан-

тация проведена при ускоряющем напряжении 50 кВ, плотности тока ионного пучка 6,5 мА/см², расстоянии 60 см от ионно-оптической системы, времени имплантации 50 мин, дозе облучения 1·10¹⁷ ион/см² и температуре 623 К.

Исследования микроструктуры и фазового состава проведены методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (ПЭМ) на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F с использованием приставки JEOL для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Применение метода ЭДС позволило получить ряд изображений, давших информацию об элементном составе и электронной структуре градиентных слоев имплантированного ионами алюминия сплава ВТ1-0.

Метод ПЭМ выполнен при ускоряющем напряжении 200 кВ и рабочем увеличении от 15 000 до 150 000 крат.

Изучение микроструктуры и фазового состава градиентных слоев проводили на фольгах, вырезанных перпендикулярно обработанной поверхности образца. Фольги готовились ионным утонением в вакууме с использованием системы Ion Sliser

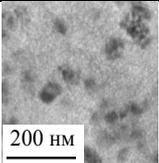
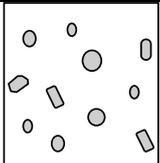
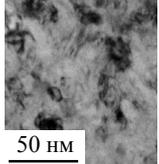
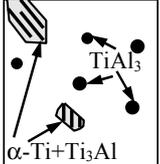
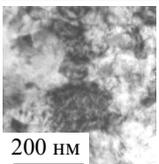
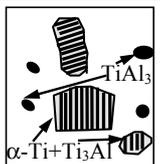
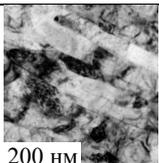
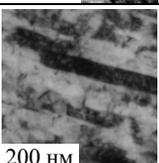
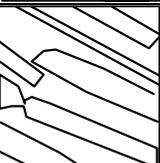
ЕМ 09100IS (JEOL, Япония) при напряжении 6–8 кВ и угле скольжения 2°–4°.

Идентификация фазового состава и определение размеров и объемной доли частиц фаз, образовавшихся в результате имплантации, проводились по изображениям, подтвержденным микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз. Количественные оценки (средние размеры зерен; размеры, плотность и объемные доли частиц образовавшихся фаз) в каждом слое выполнялись по снимкам, полученным в электронном микроскопе, с помощью методов планиметрии [20]. Все полученные данные обрабатывались статистически.

Результаты и их обсуждение

В исходном состоянии (перед имплантацией) зеренная структура сплава ВТ1-0 представляла собой сильно вытянутые зерна, средний размер которых – (0,08 × 0,40) мкм. Согласно классификации поликристаллов по размерам зерен [3], исследуемый сплав, обладающий такими размерами, должен относиться к субмикроструктурному (СМК) материалам.

Описание слоев градиентной структуры имплантированного сплава ВТ1-0 ионами алюминия

Номер слоя	ПЭМ-изображение	Схема	Толщина слоя	Фазовый состав слоя	Описание слоя
1			0,1 мкм	α -Ti, Al ₂ O ₃ , TiO, TiO ₂ , Ti ₃ Al, TiAl ₃	Al ₂ O ₃ , TiO и TiO ₂ – основа пленки. Нанозерна α -Ti, Ti ₃ Al и TiAl ₃ ($d \sim 20$ нм)
2			0,2 мкм	α -Ti, Al ₂ O ₃ , TiO, TiO ₂ , Ti ₃ Al, TiAl ₃	Зерна α -Ti (0,04×0,08 мкм). Округлые частицы TiAl ₃ ($d \sim 15$ нм, $\delta = 0,25$ %). Пластинчатые частицы Ti ₃ Al внутри зерен α -Ti (5×20 нм, $\delta = 0,2$ %)
3			0,8 мкм	α -Ti, TiO, TiO ₂ , Ti ₃ Al, TiAl ₃	Зерна α -Ti (0,05×0,10 мкм). Округлые частицы TiAl ₃ ($d \sim 45$ нм, $\delta = 2,8$ %). Пластинчатые частицы Ti ₃ Al внутри зерен α -Ti (5×40 нм, $\delta = 4,6$ %)
4			110 мкм	α -Ti, TiO, TiO ₂ , Ti ₃ Al	Зерна α -Ti (0,07×0,23 мкм). Пластинчатые частицы Ti ₃ Al по границам зерен α -Ti (5×75 нм, $\delta = 1,5$ %)
5			1400 мкм	α -Ti, TiO, TiO ₂	Зерна α -Ti (0,08×0,40 мкм)

Имплантация сплава ВТ1-0 ионами алюминия привела к формированию градиентной структуры. Проведенные исследования показали, что по мере удаления от поверхности обработанного образца градиентная структура представляет собой пять слоев, а именно: 1-й – оксидный слой; 2-й – ионно-имплантированный слой; 3-й – слой с измельченной зеренной структурой; 4-й – слой остаточного влияния имплантации; 5-й – слой, соответствующий неимплантированному состоянию сплава. ПЭМ-изображения градиентных слоев, их схемы, толщина слоев и их краткое описание приведены в таблице.

Как видно из таблицы, во-первых, все слои градиентной структуры различаются толщиной: чем дальше удален слой от поверхности облученного образца (чем больше номер слоя), тем больше толщина слоя.

Во-вторых, также видно, что матрицей слоев 2–5 является фаза α -Ti, а слой 1 (оксидный слой), как было доказано ранее [21], представляет собой пленку, содержащую преимущественно кислород, который находится в оксидах алюминия (Al_2O_3) и титана (TiO , TiO_2). Наличие в оксидной пленке таких химических элементов, как O, Al и Ti, доказывают результаты, полученные методом ЭДС (рис. 1, участок 1).

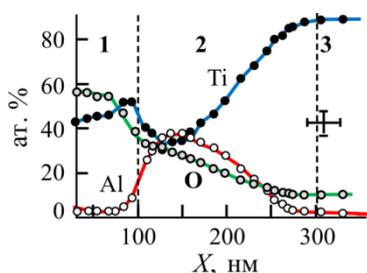


Рис. 1. Распределение элементов Al, Ti и O по глубине имплантированного образца сплава ВТ1-0. 1, 2 и 3 – номера слоев (X – расстояние от поверхности)

Необходимо отметить, что на представленном рис. 1 значения концентрации элементов (Al, Ti и O) являются относительными величинами, так как здесь учитывались лишь основные элементы, а именно Al, Ti и O. Как следует из рис. 1, участок 1 соответствует оксидной пленке и содержит преимущественно кислород и титан и лишь небольшое количество алюминия.

Наличие кислорода обусловлено методом приготовления образцов (абс-прессование и последующий отжиг при 300 °С в течение 1 ч), а также ионной имплантацией, выполняющейся в камере, в которой присутствует остаточная атмосфера. Адсорбированный и перемешанный ионным пучком с поверхностным слоем облучаемого образца кислород и приводит к формированию оксидных фаз.

В-третьих, из таблицы также следует, что слои 2–5 различаются размером зерен α -Ti. Ранее в работах, выполненных на крупно- и мелкокристаллических поликристаллах [3, 7, 8, 11, 21, 22], было установлено, что имплантация ионов алюминия приводит к уменьшению размера зерна мишени. Аналогичные результаты были получены и в настоящей работе: чем ближе к поверхности образца (чем меньше номер слоя), тем меньше размер зерна. Анализ полученных результатов показал, что действие имплантации подобно действию термической обработки или пластической деформации в ОЦК-сталях с анизотропной структурой (мартенситной, перлитной, ферритно-перлитной) [23, 24]. Было установлено [23, 24], что увеличение параметров термической обработки (температура, продолжительность) или степени пластической деформации приводит к появлению дислокационных субграниц, расположенных поперек направления анизотропных зерен. Эти границы разбивают зерна на отдельные части. Происходит поглощение дислокаций бывшими границами, переползание этих границ и их последующее искривление. Наблюдается интенсивная миграция границ, приводящая к образованию мелкозеренной структуры. Первичные границы зерен больше не идентифицируются. То же самое наблюдается при имплантации. Можно утверждать, что при имплантации этот процесс связан с сильным энергетическим воздействием, которое способствует формированию и закреплению новых поперечных границ и тем самым образованию мелкозеренной структуры. Измельчение зеренной структуры подтверждают и микродифракционные картины, полученные с ПЭМ-изображений в слоях 2–5 (рис. 2).

Хорошо известно, что по мере измельчения зерен увеличивается число зерен в единице площади ПЭМ-объекта, вследствие чего, так как каждое зерно дает свои отражения, дифракционная картина усложняется. Если зерна приближаются по своим свойствам к микрочастицам, микродифракционная картина приближается к кольцевой [25]. Было также установлено, что между средним размером зерен, формирующих дифракционную картину, и числом точечных рефлексов на кольце существует линейная связь. Ввиду этого по числу точечных рефлексов на кольце микродифракционной картины можно определить средний размер зерен в конкретном локальном объеме материала [25]. Как видно из рис. 2, а, микродифракционная картина, полученная со слоя 2, – кольцевая. Отметим, что первое кольцо (кольцо наименьшего диаметра) соответствует положению рефлексов типа $\{100\}$, второе – $\{101\}$ фазы α -Ti. По мере удаления от поверхности обработанного образца (увеличения

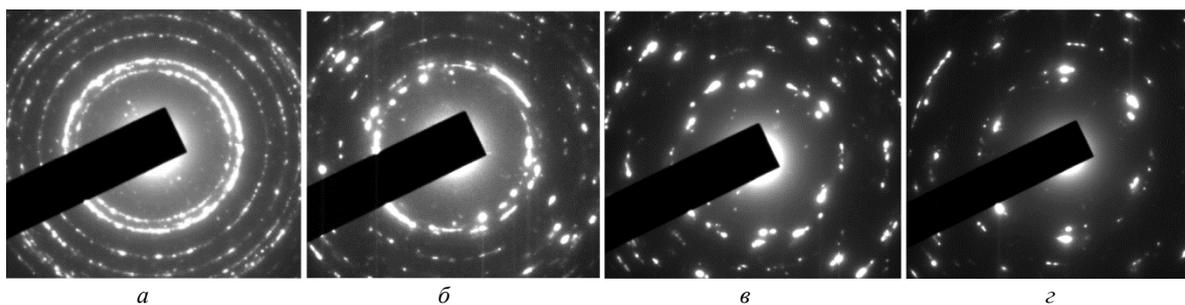


Рис. 2. Микродифракционные картины, полученные с участков структуры одинаковой площадью, в слоях 2 (а), 3 (б), 4 (в) и 5 (г)

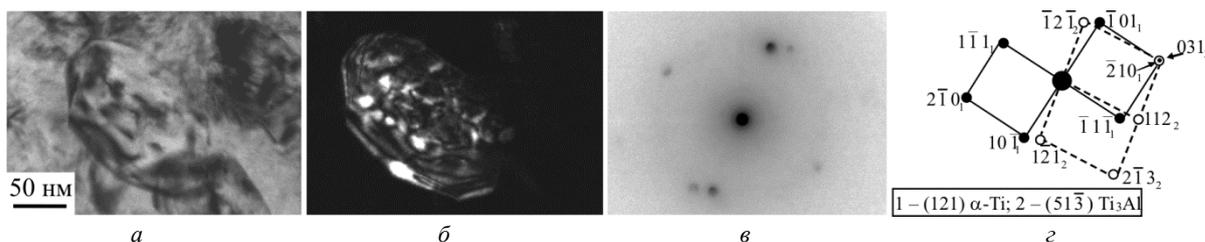


Рис. 3. Зерно α -Ti, содержащее частицы фазы Ti_3Al : а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение, полученное в рефлексе $\bar{1}2\bar{1}$ фазы Ti_3Al ; в – микродифракционная картина; г – ее индцированная схема. ПЭМ-изображение

номера слоя) число рефлексов на кольцах, соответствующих $\{100\}$ и $\{101\}$, уменьшается и в слое 5 (см. рис. 2, г) вид микродифракционной картины приближается к точечной.

Из рис. 2 и таблицы хорошо видно, что ионная имплантация оказывает влияние на измельчение зерна на глубину, гораздо превышающую толщину имплантированного слоя, а именно в слоях 2–4.

Проведенные исследования показали, что слои 2 и 3 характеризуются образованием двух типов зерен. Первый тип – это зерна α -Ti, практически свободные от дислокаций. Второй тип – зерна α -Ti, внутри которых присутствуют частицы пластинчатой формы. Соответствующий пример приведен на рис. 3, а. Согласно дифракционному анализу (рис. 3, в, г), это двухфазные зерна (α -Ti + Ti_3Al). Темнопольное изображение, полученное в рефлексе $[\bar{1}2\bar{1}]$ фазы Ti_3Al (рис. 3, б), подтверждает, что частицы пластинчатой формы являются частицами интерметаллидной фазы Ti_3Al – упорядоченной фазы со сверхструктурой $D0_{19}$, обладающей ГПУ-кристаллической решеткой (пространственная группа $R\bar{6}_3/mmc$). В слоях 4 и 5 зерна α -Ti – это вытянутые зерна, средний размер которых постепенно увеличивается и в слое 5 достигает исходного значения.

В-четвертых, в слоях различен состав вторичных фаз, а также форма частиц этих фаз, их средний размер, объемная доля и расположение частиц в слое. Так, в слое 1 в пленке присутствуют

отдельно расположенные частицы, средний размер которых ~ 20 нм (см. таблицу). Было установлено [21], что это нанозерна α -Ti и интерметаллидов Ti_3Al и $TiAl_3$.

В слоях 2 и 3, как отмечалось выше, присутствуют частицы интерметаллида Ti_3Al , имеющие пластинчатую форму и расположенные внутри зерен α -Ti. Как видно из таблицы, средний размер частиц в слое 3 больше, чем в слое 2. Также в слое 3 больше размер и объемная доля зерен α -Ti, содержащих фазу Ti_3Al . Соответственно, в слое 3 объемная доля фазы Ti_3Al больше, чем в слое 2. Кроме частиц интерметаллида Ti_3Al в слоях 2 и 3 присутствуют частицы еще одного интерметаллида – $TiAl_3$. Это упорядоченная фаза со сверхструктурой $D0_{22}$, обладающая ОЦТ-кристаллической решеткой (пространственная группа $I4/mmm$). Частицы фазы $TiAl_3$ в этих слоях имеют округлую форму (рис. 4) и располагаются случайным образом. Средний размер и объемная доля частиц фазы $TiAl_3$ в слое 3 также выше, чем в слое 2.

В слое 4 присутствует только одна интерметаллидная фаза, а именно фаза Ti_3Al . Частицы этой фазы, как и в слоях 2 и 3, также обладают пластинчатой формой, однако располагаются они по границам зерен α -Ti (см. схему в таблице). Средние размеры частиц и их объемная доля в слое 4 приведены в таблице.

В слое 5 частицы интерметаллидных фаз отсутствуют.

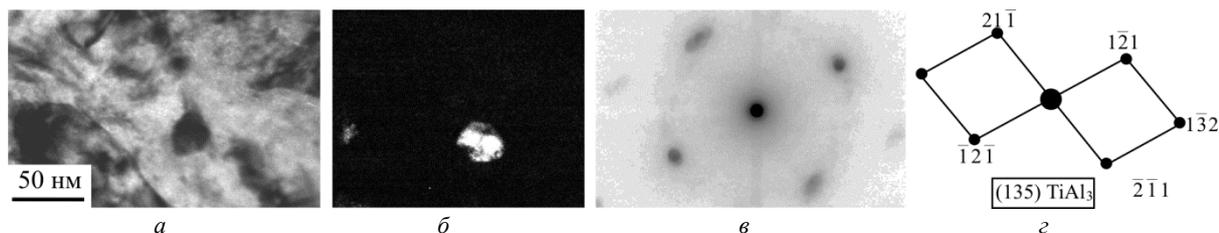


Рис. 4. Выделение частицы фазы $TiAl_3$ в ионно-имплантированном слое: *a* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение, полученное в рефлексе $1\bar{2}1$ фазы $TiAl_3$; *в* – микродифракционная картина; *г* – ее индцированная схема. ПЭМ-изображение

Изменение объемных долей интерметаллидных фаз по мере удаления от поверхности образца в сплаве ВТ1-0, имплантированном ионами алюминия, приведено на рис. 5. Из рис. 5 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 малые значения.

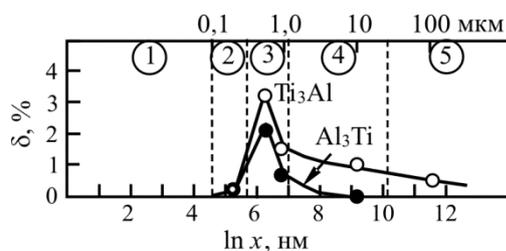


Рис. 5. Изменение объемных долей интерметаллидных фаз (δ) по мере удаления от поверхности образца в сплаве ВТ1-0, имплантированном ионами алюминия (1–5 – номера градиентных слоев)

Что касается оксидов, то в слое 1 оксиды Ti (TiO и TiO_2) и Al (Al_2O_3), как отмечалось выше, образуют основу пленки. В слоях 2–5 присутствуют частицы оксидов Ti (TiO и TiO_2). Это случайным образом отдельно расположенные частицы округлой формы, диаметр которых в слоях 2–5 составляет $\sim(15-20)$ нм. Частицы оксида Al_2O_3 обнаружены только в слое 2. Эти частицы также обладают округлой формой размером ~ 15 нм и располагаются в слое 2 случайным образом.

Пятое различие слоев – состояние твердого раствора. Из рис. 1 следует, что в начале слоя 2 (ионно-имплантированный слой) концентрация атомов Al составляет ~ 5 ат. %. Затем она быстро увеличивается и достигает максимального значения в центральной части слоя и к концу слоя уменьшается до 2–3 ат. %. Условно принято [1], что граница ионно-легированного слоя находится в области, где концентрация внедренных имплантацией ионов (ионов алюминия) не более 3 ат. %.

Именно по этому принципу была проведена граница между слоями 2 и 3.

Известно, что алюминий интенсивно растворяется в твердом растворе на базе $\alpha-Ti$, что приводит к уменьшению параметров кристаллической решетки $\alpha-Ti$ [26]. Как показали ранее проведенные рентгеноструктурные исследования, выполненные методом скользящего пучка [21], параметры кристаллической решетки $\alpha-Ti$ при имплантации алюминия в титан с дозой $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² в поверхностном обработанном слое уменьшаются. Таким образом, основываясь на данных, представленных на рис. 1, можно утверждать, что в первой половине слоя 2 происходит интенсивное насыщение твердого раствора атомами Al и в центральной части слоя 2 твердый раствор оказывается пересыщенным. Пока происходит интенсивное насыщение твердого раствора атомами Al , интерметаллидные фазы в слое 2 практически не образуются. Это хорошо видно при сравнении данных рис. 1 с данными рис. 5. Кроме того, из рис. 1 также видно, что концентрация атомов Ti в первой половине слоя 2 несколько уменьшается, а во второй половине интенсивно увеличивается и к концу слоя 2 соответствует ~ 90 ат. %. В это время начинается образование интерметаллидных фаз (см. рис. 5).

Из рис. 1 также видно, что в слое 2 концентрация атомов O остается высокой, хотя и наблюдается заметное ее уменьшение. Еще раз подчеркнем, что наличие кислорода в этом слое объясняется его диффузией во время имплантации – кислород проникает в глубь материала и формирует оксиды титана и алюминия.

Таким образом, в первой половине ионно-имплантированного слоя (слой 2) практически весь Al находится в твердом растворе к концу слоя 2, как в твердом растворе, так и в интерметаллидах Ti_3Al и $TiAl_3$.

В слое 3 (см. рис. 1) концентрация атомов Ti близка к 100 ат. %, однако сохраняется некоторое количество атомов Al (~ 2 ат. %). Количественные оценки, выполненные с использованием объемной доли интерметаллидов Ti_3Al и $TiAl_3$ и их стехио-

метрического состава [27], показали, что именно такого количества Al достаточно для образования объемной доли интерметаллидов Ti_3Al и $TiAl_3$, указанной в таблице и на рис. 5. В слое 4, по данным ЭДС, концентрация атомов Al составляет лишь 0,5 ат. %. В этом слое присутствует только фаза Ti_3Al , содержащая именно такое количество алюминия. В слое 5 присутствуют только зерна $\alpha-Ti$. Это означает, что матрицей сплава в слоях 3–5 является твердый раствор только $\alpha-Ti$.

Заключение

Методами ПЭМ и ЭДС проведены исследования структуры после имплантации ионами алюминия технически чистого титана (сплав ВТ1-0) в СМК-состоянии. Установлено, что имплантация привела к формированию градиентной структуры, состоящей из пяти слоев различной толщины, с различным средним размером зерна $\alpha-Ti$, фазовым составом, расположением частиц, их формой, размером и объемной долей, состоянием твердого раствора в каждом слое.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № FEMN-2020-0004) и при финансовой поддержке РФФИ № 19-08-01041 и № 20-38-90066.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Список литературы

1. Эффекты дальнего действия в ионно-имплантированных металлических материалах / А.Н. Диденко, Ю.П. Шаркеев, Э.В. Козлов, А.И. Рябчиков. – Томск: Изд-во НТЛ, 2004. – 328 с.
2. Курзина И.А., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. Градиентные поверхностные слои на основе интерметаллидных частиц: синтез, структура, свойства. – Томск: Изд-во НТЛ, 2013. – 260 с.
3. Основы пластической деформации наноструктурных материалов / Э.В. Козлов, А.М. Глезер, Н.А. Конева, Н.А. Попова, И.А. Курзина. – М.: Физматлит, 2016. – 304 с.
4. Комаров Ф.Ф. Физические процессы при ионной имплантации в твердые тела / УП «Технопринт». – Минск, 2001. – 392 с.
5. Зацепин Д.А., Вайнштейн И.А., Чолах С.О. Ионная модификация функциональных материалов: учеб. пособие / УрФУ. – Екатеринбург, 2014. – 104 с.
6. Наноструктурированный титан. Применение, структура, свойства / Ю.П. Шаркеев, А.Ю. Ерошенко, В.А. Кукарко, А.В. Белый, В.А. Батаев // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2012. – № 8. – С. 60–63.
7. Модификация структурно-фазового состояния мелкозернистого титана в условиях ионного облучения / И.А. Курзина, Э.В. Козлов, Н.А. Попова [и др.] // Изв. РАН. Серия физическая. – 2012. – Т. 76, № 11. – С. 1384–1392.

8. Структурно-фазовое состояние УМЗ-титана, имплантированного ионами алюминия / А.В. Никоненко, Н.А. Попова, Е.Л. Никоненко [и др.] // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2019. – Т. 21, № 4. – С. 17–25. DOI: 10.15593/2224-9877/2019.4.02

9. Курзина И.А., Шаркеев Ю.П., Козлов Э.В. Формирование наноинтерметаллидных фаз в условиях ионной имплантации // Структура и свойства перспективных материалов / под ред А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2007. – С. 159–195.

10. Ионная имплантация как метод повышения циклической долговечности титана в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях / Ю.П. Шаркеев, В.А. Кукарко, А.Ю. Ерошенко [и др.] // Перспективные материалы. – 2011. – № 12. – С. 136–142.

11. Формирование наноразмерных интерметаллидных фаз в условиях имплантации ионами алюминия титановых мишеней / И.А. Курзина, Н.А. Попова, Е.Л. Никоненко [и др.] // Изв. РАН. Серия физическая. – 2012. – Т. 76, № 1. – С. 74–78.

12. Исследование возможности повышения служебных характеристик лопаток компрессора ГТД методом ионного модифицирования поверхности / С.А. Мубояджян, А.Н. Луценко, Д.А. Александров, Д.С. Горлов // Труды ВИАМ. – 2013. – № 1. – С. 2.

13. Ковалевская Ж.Г., Кукарко В.А. Исследование строения и фазового состава азотированных слоев мартенситной стали, полученных ультразвуковым выглаживанием и ионной имплантацией // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2013. – № 4 (61). – С. 19–27.

14. Смыслов А.М., Смыслова М.К., Мухин В.С. Ионно-имплантационное и вакуумно-плазменное модифицирование поверхности лопаток компрессора ГТД // Вестник Рыбин. гос. авиац. технол. акад. им. П.А. Соловьева. – 2017. – № 1 (40). – С. 133–138.

15. Упрочнение поверхности титановых сплавов методом ионной имплантации и ионного модифицирования / Д.А. Александров, С.А. Мубояджян, А.Н. Луценко, П.Л. Журавлева // Авиационные материалы и технологии. – 2018. – № 2 (51). – С. 33–39. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-33-39

16. Модификация стали 40X при высокоинтенсивной имплантации ионов азота / А.И. Рябчиков, Д.О. Сивин, П.С. Ананьин [и др.] // Изв. вузов. Физика. – 2018. – Т. 61, № 2 (722). – С. 60–66.

17. Обработка циркониевой керамики ионами алюминия Al^+ / С.А. Гынгазов, А.И. Рябчиков, В. Костенко, Д.О. Сивин // Изв. вузов. Физика. – 2018. – Т. 61, № 8 (728). – С. 131–137.

18. Структура и свойства объемного ультрамелкозернистого титана, полученного абс-прессованием и прокаткой / А.Ю. Ерошенко, Ю.П. Шаркеев, А.И. Толмачев [и др.] // Перспективные материалы. – 2009. – № S7. – С. 107–112.

19. Simple and inexpensive time-of-flight charge-to-mass analyzer for ion beam source characterization / V.I. Gushenets, A.G. Nikolaev, E.M. Oks [et al.] // Rev. Sci. Instrum. – 2006. – Vol. 77, no. 6. – P. 063301. DOI: 10.1063/1.2206778

20. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.

21. Influence of the aluminum ion implantation dose on the phase composition of submicrocrystalline titanium / A.V. Nikonenko, N.A. Popova, E.L. Nikonenko [et al.] // Vacuum. – 2021. – Vol. 189. – P. 110230 (1-9). DOI: 10.1016/j.vacuum.2021.110230

22. Нанокристаллические интерметаллидные и нитридные структуры, формирующиеся при ионно-плазменном воздействии / И.А. Курзина, Э.В. Козлов, Ю.П. Шаркеев [и др.]. – Томск: Изд-во НТЛ, 2008. – 324 с.

23. Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. Фрагментированная субструктура, формирующаяся в ОЦК-сталях при деформации // Изв. РАН. Серия физическая. – 2004. – Т. 68, № 10. – С. 1419–1428.

24. Эволюция фазового состава, дефектной структуры, внутренних напряжений и перераспределение углерода при отпуске литой конструкционной стали / Э.В. Козлов, Н.А. Попова, О.В. Кабанина [и др.]. – Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2007. – 177 с.

25. Электронно-микроскопический дифракционный анализ ультрадисперсных материалов / Ю.Ф. Иванов, Л.Н. Игнатенко, А.В. Пауль, Э.В. Козлов // Заводская лаборатория. – 1992. – Т. 58, № 12. – С. 38–40.

26. Вол А.Е. Строение и свойства двойных металлических систем: в 4 т. – М.: Физматгиз, 1959. – Т. 1. – 755 с.

27. Гольдштейн М.И., Фарбер В.М. Дисперсионное упрочнение стали. – М.: Металлургия, 1979. – 208 с.

References

1. Didenko A.N., Sharkeev Iu.P., Kozlov E.V., Riabchikov A.I. Effekty dal'nodeistviia v ionno-implantirovannykh metallicheskiikh materialakh [Long-range effects in ion-implanted metallic materials]. Tomsk: Izdatel'stvo NTL, 2004, 328 p.

2. Kurzina I.A., Kozlov E.V., Sharkeev Iu.P. Gradientnye poverkhnostnye sloi na osnove intermetallidnykh chastits [Gradient surface layers based on intermetallic particles: synthesis, structure, properties]: sintez, struktura, svoistva. Tomsk: Izdatel'stvo NTL, 2013, 260 p.

3. Kozlov E.V., Glezer A.M., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. Osnovy plasticheskoi deformatsii nanostrukturnykh materialov [Fundamentals of Plastic Deformation of Nanostructured Materials]. Moscow: Fizmatlit, 2016, 304 p.

4. Komarov F.F. Fizicheskie protsessy pri ionnoi implantatsii v tverdye tela [Physical processes in ion implantation into solids]. UP «Tekhnoprint». Minsk, 2001, 392 p.

5. Zatsepin D.A., Vainshtein I.A., Cholakh S.O. Ionnaia modifikatsiia funktsional'nykh materialov: ucheb. Posobie [Ionic modification of functional materials]. UrFU. Ekaterinburg, 2014, 104 p.

6. Sharkeev Iu.P., Eroshenko A.Iu., Kukareko V.A., Belyi A.V., Bataev V.A. Nanostrukturirovannyi titan. Primenenie, struktura, svoistva [Nanostructured titanium. Application, structure, properties]. *Izvestiia vuzov. Chernaia metallurgii*, 2012, no. 8, pp. 60–63.

7. Kurzina I.A., Kozlov E.V., Popova N.A. et al. Modifikatsiia strukturno-fazovogo sostoiianiia melkozernistogo titana v usloviakh ionnogo oblucheniia [Modification of the

structural-phase state of fine-grained titanium under ion irradiation conditions]. *Izvestiia RAN. Serii fizicheskaia*, 2012, vol. 76, no. 11, pp. 1384–1392.

8. Nikonenko A.V., Popova N.A., Nikonenko E.L. et al. Strukturno-fazovoe sostoianie UMZ-titana, im-plantirovannogo ionami aliuminiia [Structural-phase state of UMZ-titanium implanted with aluminum ions]. *Vestnik Permskogo natsional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 17–25. DOI: 10.15593/2224-9877/2019.4.02

9. Kurzina I.A., Sharkeev Iu.P., Kozlov E.V. Formirovanie nanointermetallidnykh faz v usloviakh ionnoi implantatsii [Formation of nanointermetallic phases under ion implantation conditions]. *Struktura i svoistva perspektivnykh materialov*. Ed A.I. Potekaeva. Tomsk: Izdatel'stvo NTL, 2007, pp. 159–195.

10. Sharkeev Iu.P., Kukareko V.A., Eroshenko A.Iu. Ionnaia implantatsiia kak metod povysheniia tsiklicheskoi dolgovechnosti titana v krupnozernistom i ul'tramelkozernistom sostoiianiakh [Ion implantation as a method of increasing the cyclic durability of titanium in the coarse-grained and ultrafine-grained states]. *Perspektivnye materialy*, 2011, no. 12, pp. 136–142.

11. Kurzina I.A., Popova N.A., Nikonenko E.L. et al. Formirovanie nanorazmernykh intermetallidnykh faz v usloviakh implantatsii ionami aliuminiia tita-novykh mishenei [Formation of Nanosized Intermetallic Phases under Aluminum Ion Implantation of Titanium Targets]. *Izvestiia RAN. Serii fizicheskaia*, 2012, vol. 76, no. 1, pp. 74–78.

12. Muboiadzhian S.A., Lutsenko A.N., Aleksandrov D.A., Gorlov D.S. Issledovanie vozmozhnosti povysheniia sluzhebnykh kharakteristik lopatok kompressora GTD metodom ionnogo modifitsirovaniia poverkhnosti [Study of the possibility of improving the performance characteristics of GTE compressor blades by ion modification of the surface]. *Trudy VIAM*, 2013, no. 1, p. 2.

13. Kovalevskaia Zh.G., Kukareko V.A. Issledovanie stroeniia i fazovogo sostava azotirovannykh sloev martensitnoi stali, poluchennykh ul'trazvukovym vyglazhivaniem i ionnoi implantatsiei [Study of structure and phase composition of martensitic steel nitrided layers obtained by ultrasonic smoothing and ion implantation]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2013, no. 4 (61), pp. 19–27.

14. Smyslov A.M., Smyslova M.K., Mukhin V.S. Ionno-implantatsionnoe i vakuumno-plazmennoe modi-fitsirovanie poverkhnosti lopatok kompressora GTE [Ion-implantation and vacuum-plasma modification of GTE compressor blade surfaces]. *Vestnik Rybin. gos. aviats. tekhnol. akad. im. P.A. Solov'eva*, 2017, no. 1 (40), pp. 133–138.

15. Aleksandrov D.A., Muboiadzhian S.A., Lutsenko A.N., Zhuravleva P.L. Uprochnenie poverkhnosti titanovykh splavov metodom ionnoi implantatsii i ionnogo modifitsirovaniia [Surface hardening of titanium alloys by ion implantation and ion modification]. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 33–39. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-33-39

16. Riabchikov A.I., Sivin D.O., Anan'in P.S. et al. Modifikatsiia stali 40Kh pri vysokointensivnoi implantatsii ionov azota [Modification of 40Kh steel by high-intensity nitrogen ion implantation]. *Izvestiia vuzov. Fizika*, 2018, vol. 61, no. 2 (722), pp. 60–66.

17. Gyngazov S.A., Riabchikov A.I., Kostenko V., Sivin D.O. Obrabotka tsirkonievoy keramiki ionami aliuminiia Al+ [Treat-

ment of zirconium ceramics with aluminum ions Al³⁺. *Izvestiia vuzov. Fizika*, 2018, vol. 61, no. 8 (728), pp. 131–137.

18. Eroshenko A.Iu., Sharkeev Iu.P., Tolmachev A.I. Struktura i svoistva ob"mnogo ul'tramelko-zernistogo titana, poluchennogo abc-pessovaniem i prokatkoj [Structure and properties of bulk ultrafine-grained titanium produced by abc pressing and rolling]. *Perspektivnye materialy*, 2009, no. S7, pp. 107–112.

19. 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, vol. 77, no. 6, p. 063301. DOI: 10.1063/1.2206778

20. Saltykov S.A. *Stereometricheskaja metallografiia*. Moscow: Metallurgiiia, 1970, 376 p.

21. Nikonenko A.V., Popova N.A., Nikonenko E.L. et al. Influence of the aluminum ion implantation dose on the phase composition of submicrocrystalline titanium. *Vacuum*, 2021, vol. 189, p. 110230 (1-9). DOI: 10.1016/j.vacuum.2021.110230

22. Kurzina I.A., Kozlov E.V., Sharkeev Iu.P. Nanokristallicheskie intermetallidnye i nitridnye struktury, formiruiushchiesia pri ionno-plazmennom vozdeistvii [Nanocrystalline intermetallic and nitride structures formed by ion-plasma exposure]. Tomsk: Izdatel'stvo NTL, 2008, 324 p.

23. Kozlov E.V., Popova N.A., Koneva N.A. Fragmentirovannaia substruktura, formiruiushchiasia v OTsK-staliakh pri deformatsii [Fragmented substructure formed in BCC steels during deformation]. *Izvestiia RAN. Seriya fizicheskaja*, 2004, vol. 68, no. 10, pp. 1419–1428.

24. Kozlov E.V., Popova N.A., Kabanina O.V. et al. Evoliutsiia fazovogo sostava, defektnoi struktury, vnutrennikh napriazhenii i pereraspredelenie ugleroda pri otpuske litoi konstruktsionnoi stali [Evolution of phase composition, defect structure, internal stresses and redistribution of carbon during tempering of cast structural steel]. Novokuznetsk: Izdatel'stvo SibGIU, 2007, 177 p.

25. Ivanov Iu.F., Ignatenko L.N., Paul' A.V., Kozlov E.V. Elektronno-mikroskopicheskii difraktsionnyi analiz ul'tradispersnykh materialov [Electron microscopic diffraction analysis of ultradisperse materials]. *Zavodskaja laboratoriia*, 1992, vol. 58, no. 12, pp. 38–40.

26. Vol A.E. Stroenie i svoistva dvoynykh metallicheskich system [Structure and properties of double metal systems]. Moscow: Fizmatgiz, 1959, vol. 1, 755 p.

27. Gol'dshtein M.I., Farber V.M. Dispersionnoe uprochnenie stali [Dispersion hardening of steel]. Moscow: Metallurgiiia, 1979, 208 p.

Получено 18.08.2021

Принято 10.11.2021

Опубликовано 30.12.2021

Сведения об авторах

Никоненко Алиса Владимировна (Томск, Россия) – аспирант Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники, e-mail: aliska-nik@mail.ru.

Попова Наталья Анатольевна (Томск, Россия) – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории наноматериалов и нанотехнологий Томского государственного архитектурно-строительного университета, e-mail: natalya-popova-44@mail.ru.

Никоненко Елена Леонидовна (Томск, Россия) – кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры физики, химии, теоретической механики Томского государственного архитектурно-строительного университета, e-mail: vilatomsk@mail.ru.

Калашников Марк Петрович (Томск, Россия) – инженер отдела материаловедения Национального исследовательского Томского государственного политехнического университета, e-mail: kmp1980@mail.ru.

Курзина Ирина Александровна (Томск, Россия) – доктор физико-математических наук, доцент, профессор кафедры физической и коллоидной химии Национального исследовательского Томского государственного университета, e-mail: kurzina99@mail.ru.

About the authors

Alisa V. Nikonenko (Tomsk, Russian Federation) – Postgraduate Student, Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, e-mail: aliska-nik@mail.ru.

Natalya A. Popova (Tomsk, Russian Federation) – Ph.D. in Technical Sciences, Senior Researcher, Laboratory of Nanomaterials and Nanotechnology, Tomsk State University of Architecture and Building, e-mail: natalya-popova-44@mail.ru.

Elena L. Nikonenko (Tomsk, Russian Federation) – Ph.D. in Physics and Mathematics, Associate Professor, Department of Physics, Chemistry, Theoretical Mechanics, Tomsk State University of Architecture and Building, e-mail: vilatomsk@mail.ru.

Mark P. Kalashnikov (Tomsk, Russian Federation) – Engineer, Department of Materials Science, National Research Tomsk State Polytechnic University, e-mail: kmp1980@mail.ru.

Irina A. Kurzina (Tomsk, Russian Federation) – Doctor of Physics and Mathematics, Associate Professor, Professor, Department of Physical and Colloid Chemistry, National Research Tomsk State University, e-mail: kurzina99@mail.ru.