

## Модификация стали AISI 420 импульсно-периодическим энергетическим воздействием пучка на поверхность с одновременной имплантацией ионов титана

*А.И. Рябчиков, О.С. Корнева\*, А.И. Иванова, С.В. Дектярев, И.И. Мерзляков*

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия  
\*oskar@tpu.ru*

**Аннотация.** В данной работе впервые показано, что энергетическое воздействие импульсно-периодического пучка ионов титана с длительностью импульса 450 мкс и плотностью мощности от 50 до 100 кВт/см<sup>2</sup>, средней энергией ионов 70 кэВ, а также синергия импульсно-периодического энергетического воздействия пучка на поверхность стали AISI 420 и высокоинтенсивная имплантация изменяет морфологию и эксплуатационные свойства поверхности. Установлено, что энергетическое воздействие существенно повышает износостойкость образцов. Максимальное значение этого параметра достигается в режиме обработки, при котором образец нагревается до 900 °С с дополнительным импульсно-периодическим нагревом ионным пучком с высокой импульсной плотностью мощности и сверхскоростным охлаждением поверхностного слоя. Энергетическое воздействие пучка в течение 3 мин привело к увеличению износостойкости в 37 раз по сравнению с исходным образцом. Этот же режим облучения существенно увеличил микротвердость модифицированного слоя с 2.5 ГПа до 7.5 ГПа. Синергия высокоинтенсивной имплантации ионов титана и энергетического воздействия на поверхность способствовала увеличению износостойкости до 50 раз. В статье представлены результаты изменений морфологии поверхности и микроструктуры ионно-модифицированных слоев.

**Ключевые слова:** экстремальное энергетическое воздействие, высокоинтенсивная имплантация, ионы титана, сверхвысокие флюенсы облучения.

### 1. Введение

Современные тенденции развития промышленности требуют развития методов модификации поверхности твердого тела с целью улучшения его микроструктуры, физико-механических и эксплуатационных свойств. В настоящее время активно развиваются методы ионно-плазменного осаждения покрытий и импульсно-пучковые технологии, основанные на воздействии на поверхность лазерного излучения электронных и ионных пучков высокой плотности мощности [1–9]. В работе [10] предложен принципиально новый метод модификации поверхности металлов и сплавов, основанный на синергии высокоинтенсивной ионной имплантации и импульсно-периодического энергетического воздействия ионного пучка на облучаемую поверхность. Метод предполагает совмещение нескольких процессов, влияющих на микроструктуру и свойства материала. Наряду с импульсно-периодической высокоинтенсивной имплантацией ионов с энергией в диапазоне от 50 до 100 кэВ, имеет место радиационно-стимулированная диффузия при плотности ионного тока порядка 1 А/см<sup>2</sup>, импульсный нагрев поверхности пучком высокой импульсной плотности мощности в диапазоне от нескольких десятков до нескольких сотен кВт/см<sup>2</sup>, сверхбыстрое охлаждение приповерхностного слоя за счёт отвода тепла с поверхности вглубь материала. Сверхбыстрое охлаждение, во-первых, решает проблему снижения температуры матричного материала при имплантации до уровня, при котором не происходит деградация его свойств. С другой стороны, сверхбыстрое охлаждение даже без ионного легирования может существенно повлиять на микроструктуру и эксплуатационные свойства материала за счёт эффекта сверхзакалки.

В настоящей работе экспериментально исследуется как энергетическое воздействие мощного импульсного пучка ионов титана субмиллисекундной длительности на поверхность

стали AISI 420 при коротких временах облучения, так и синергия высокоинтенсивной имплантации и импульсно-периодического воздействия пучка.

## 2. Схема эксперимента и методология исследования

Экспериментальные исследования проводились на комплексной установке для ионно-лучевой и плазменной обработки материалов, схема которой подробно описана в [11]. Импульсно-периодический пучок ионов высокой плотности мощности, длительностью 450 мкс с плотностью тока до  $1.5 \text{ А/см}^2$ , средней энергией ионов титана 70 кэВ формировался из плазмы непрерывного вакуумного дугового разряда с током 130 А. Высокая плотность тока достигалась за счёт баллистической фокусировки ионов с использованием сеточного электрода радиусом 130 мм в пространстве дрейфа, предварительно заполняемого плазмой. Энергетическому воздействию подвергалась поверхность образцов из стали AISI 420 диаметром 20 мм и толщиной 3 мм, в импульсно-периодическом режиме, с частотой до 30 имп/с. Усреднённая по 16 импульсам плотность мощности составляла около  $50 \text{ кВт/см}^2$ . С учетом нестабильности ионной эмиссии из плазменно-вакуумной дуги в отдельных импульсах плотность мощности ионного пучка превышала  $100 \text{ кВт/см}^2$ . Температура мишени в течение времени облучения каждого из образцов контролировалась с помощью термопары. Динамика изменения температуры мишени в течение воздействия импульсного пучка на поверхность определялась на основе осциллограмм пирометра KLEIBER 740-LO, чувствительного к изменению температуры от 400 °С.

Шероховатость поверхности исходных и модифицированных образцов определялась на трёхмерном бесконтактном профилометре Micro Measure 3D Station. Поверхность образцов и элементный состав исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N. Трибологические исследования проводились на трибометре PC-Operated High Temperature Tribometer THT-S-AX0000 в режиме сухого трения по методике «шарик-индентор – вращающийся диск». Испытание на износ проводилось при фиксированной скорости вращения образца 1 см/с с нагрузкой на индентор 2 Н. В качестве индентора был использован шарик  $\text{Al}_2\text{O}_3$  диаметром 6 мм.

Износостойкость образцов оценивалась с помощью площади поперечного сечения трека износа после трибологических испытаний, отсканированных на трехмерном бесконтактном профилометре Micro Measure 3D Station. Износ материала определялся измерением образованного трека, сформировавшегося во время испытания, дистанцией пройденного шариком пути и величиной приложенной нагрузки [12].

Твердость исследовалась на поверхности образцов с помощью нанотвердомера CSM Instruments NHT2 с нагрузкой 20 мН. Исследование распределения примеси по глубине проводилось на спектрометре высокочастотного тлеющего разряда Profiler 2 фирмы Horiba Scientific. Анализ фазового состава исследуемых образцов выполняли методом рентгенофазового анализа (РФА) на основании дифрактограмм, полученных с помощью дифрактометра ДРОН-7.

## 3. Результаты и их обсуждение

Энергетическое воздействие пучка ионов высокой плотности мощности на поверхность мишени определяется двумя параметрами. Прежде всего, это средняя температура мишени за счёт импульсно-периодического нагрева. Облучение четырех образцов осуществлялось при их средней температуре 500, 700, 830 и 900 °С. Конкретная заданная температура образца в процессе обработки поддерживалась за счёт изменения частоты импульса в диапазоне от 15 до 30 имп/с и времени облучения от 146 до 300 с. Наиболее важным параметром в

экспериментах с энергетическим воздействием пучка на поверхность представляется динамическое изменение температуры как в течение импульса, так и после него. Динамика изменения температуры поверхности контролировалась с помощью импульсного пирометра. Характерная осциллограмма импульса с пирометра представлена на Рис. 1.

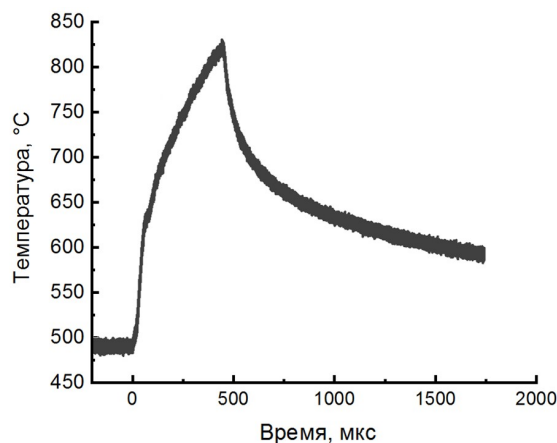


Рис. 1. Характерная осциллограмма импульса с пирометра.

При средней температуре образца выше 400 °C имеет место смещение нулевой линии осциллограммы. Это смещение позволяет контролировать, наряду с показаниями термопары, средний температурный режим поверхности образца. Из данных Рис. 1 видно, что во время импульсного облучения пучком ионов титана поверхности стали AISI 420 имеет место динамическое увеличение температуры в течение всей длительности ионного пучка. Осциллограмма демонстрирует сверхбыстрое охлаждение приповерхностного слоя AISI 420 за счёт отвода тепла внутрь материала (в том числе на держатель образца) благодаря его теплопроводности. Совместное действие средней и импульсной температур может сопровождаться даже импульсным расплавлением приповерхностного слоя с последующим сверхбыстрым охлаждением, изменяющим морфологию, микроструктуру и свойства материала.

Как показали исследования параметров шероховатости  $Ra$ , ионная обработка приводит к изменению морфологии поверхности. Шероховатость  $Ra$  исходного образца составляла 0.014 мкм. После обработки образца в течение 146 с при средней температуре 500 °C  $Ra$  увеличилось в 4 раза. При увеличении средней температуры образца до 700 °C значение шероховатости возросло до 0.1 мкм. У образцов, нагреваемых до температур 830 °C и 900 °C, наблюдается существенное изменение морфологии поверхности материала  $Ra \sim 0.3$  мкм. Эти изменения  $Ra$  обусловлены не средней температурой образца, а суперпозицией средней температуры и значительного импульсно-периодического нагрева поверхности.

На Рис. 2 представлены графики зависимости коэффициента трения от длины пробега индентора для исходного образца стали и модифицированных образцов. Коэффициент трения для исходной стали AISI 420 сначала резко увеличивается, т.е. проходит путь приработки поверхностного слоя образца и контр-тела, затем выходит на плато со стабильным средним коэффициентом трения равным 0.83. В целом данные Рис. 2 демонстрируют увеличение износостойкости стали при увеличении суперпозиции теплоэнергетического воздействия ионного пучка на поверхность. Кривая 1 демонстрирует некоторое увеличение расстояния до выхода коэффициента на плато — это путь износа модифицированного слоя. Более значимое изменение показывают кривые 2 и 3. Кривая 4 отличается существенным увеличением износостойкости. Её можно разделить условно на 3

участка: плавное повышение коэффициента трения до 0.5, последующее удержание стабильного значения и выход на плато при коэффициенте трения, соответствующего исходному образцу. Такой характер кривой 4 может быть связан с изменением микроструктуры или фазового состава приповерхностного слоя. Профили сечения треков износа для всех режимов облучения представлены на Рис. 3.

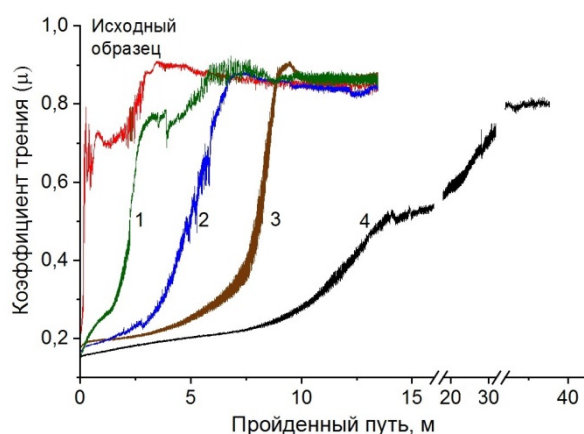


Рис. 2. Графики изменения коэффициента трения исходного образца и модифицированных образцов: 1 – 500 °C, 2 – 700 °C, 3 – 830 °C, 4 – 900 °C.

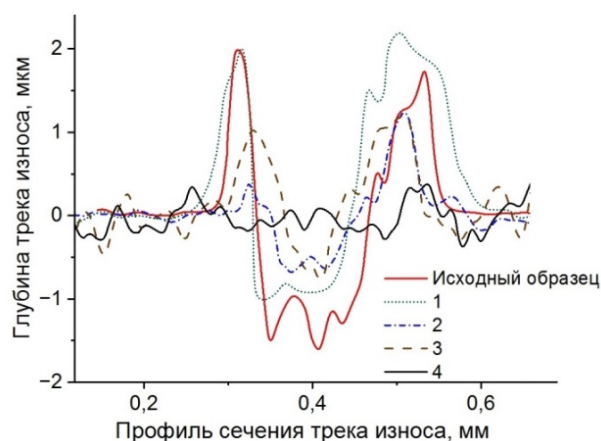


Рис. 3. Профили сечений треков износа исходного образца и модифицированных образцов: 1 – 500 °C, 2 – 700 °C, 3 – 830 °C, 4 – 900 °C.

Параметр износостойкости определялся отношением объемного износа к пути, на котором происходило изнашивание и величиной приложенной нагрузки [12]. Средняя площадь трека износа для исходного образца составили  $180 \text{ мкм}^2$ , а значение износа  $6.3 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/\text{Н}\cdot\text{м}$ . Износостойкость образца 1 улучшилась на 50% ( $4.2 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/\text{Н}\cdot\text{м}$ ). Значения износа для образцов 2 и 3 находятся на одном уровне в среднем  $1.8 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/\text{Н}\cdot\text{м}$ . Наибольшая износостойкость получена при облучении образца, облученного при средней температуре 900 °C. С учетом увеличения длины испытания до 38.9 м, площадь профиля трека составила  $14 \text{ мкм}^2$ , а параметр износа  $0.17 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/\text{Н}\cdot\text{м}$ . По сравнению с исходным образцом износостойкость увеличилась в 37 раз.

Анализируя полученные данные о глубине треков износа и об изменении коэффициента трения, можно сделать вывод, что участок плавного повышения коэффициента трения (Рис. 2) соответствует пути износа тонкого приповерхностного слоя. Полученные данные показывают, что эффект импульсно-периодического энергетического воздействия с улучшением износостойкости имеет место во всех режимах облучения.

Данные исследования микротвердости показали следующее. Твердость исходного образца равна 2.5 ГПа. Энергетическое воздействие при средних температурах образцов от 500 °C до 830 °C обеспечило увеличение микротвердости на 60%. После облучения в режиме обработки, при котором образец нагревается до 900 °C, микротвердость увеличилась в 3 раза по сравнению с исходным образцом и составила 7.5 ГПа.

Для исследования синергии энергетического воздействия и имплантации ионов титана облучение образца осуществлялось при средней температуре 900 °C в течение 20 мин. При 3 минутной обработке флюенс ионной имплантации составлял  $1 \cdot 10^{19} \text{ ион}/\text{см}^2$ . Увеличение времени имплантации привело к пропорциональному росту флюенса ионного облучения. На Рис. 4 представлены фото поверхности исходного и модифицированных в течение 3 и 20 мин образцов. При увеличении времени до 20 мин (в 7 раз) морфология поверхности изменяется (Рис. 4в и г). Значение *Ra* шероховатости составило 0.4 мкм, что по сравнению с

трехминутным образцом больше в 1.3 раза. Электронно-микроскопические исследования поверхности исследуемых образцов при 8000-кратном увеличении показали, что после облучения в течение 20 мин формируется мелкозернистая структура.

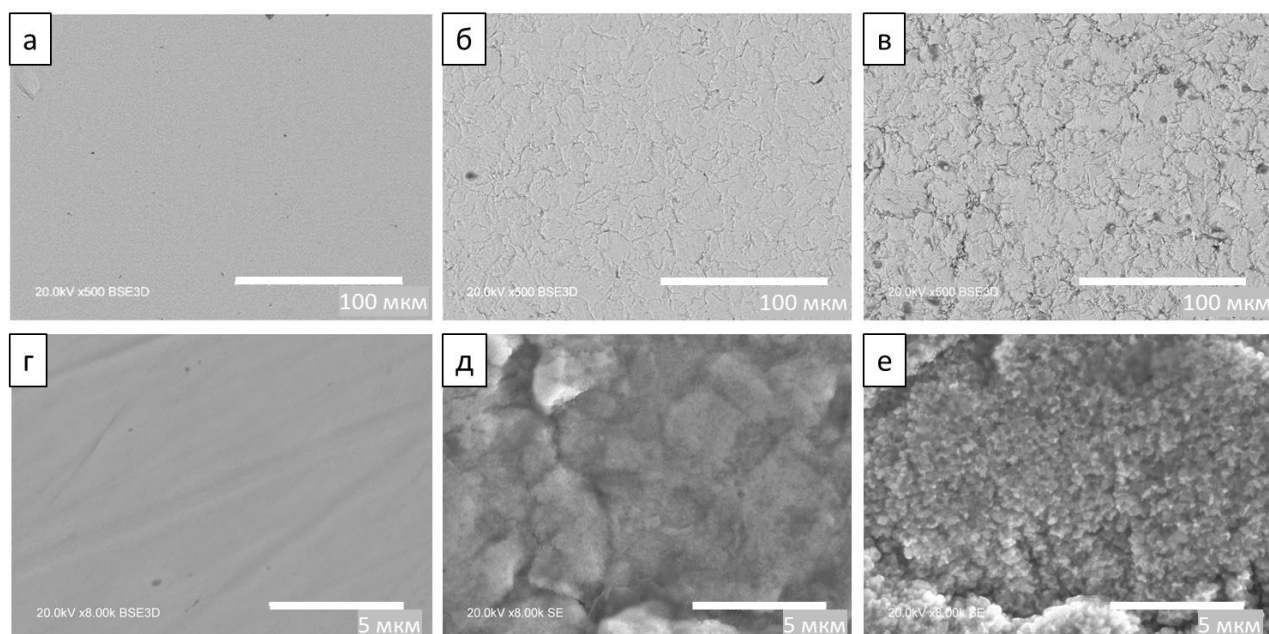


Рис. 4. Микрофотографии поверхности образцов: а, г – исходный образец; б, д – 3 мин; в, е – 20 мин.

Сталь AISI 420 представляет собой высокохромистую сталь мартенситного класса. Как правило, микроструктура закаленной стали AISI 420 состоит из мартенситной матрицы, содержащей карбиды железа и хрома наряду с остаточным аустенитом. По данным рентгенофазового анализа образца, облученного в течение 3 мин, в нем присутствуют интенсивные дифракционные линии, характерные для ферритной фазы  $\alpha$ -Fe и малоинтенсивные линии, характерные для карбида железа  $Fe_3C$  и карбида хрома  $Cr_{23}C_6$ . Так же обнаружены дифракционные линии, характерные для карбида титана  $TiC$ , сформированного в поверхностных слоях образца стали AISI 420 в результате обработки пучком ионов Ti. Высокоинтенсивная имплантация ионов титана с энергетическим воздействием пучка высокой плотности мощности на поверхность в течение 20 мин привело к формированию тех же фаз, что и в образце, облученном в течение 3 мин.

На Рис. 5 представлена микрофотография поперечного сечения образца, облученного в течение 3 мин, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, на которой виден слой с изменённой мелкозернистой структурой. Энергетическое воздействие при средней температуре образца  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  привело к значительному изменению микроструктуры слоя толщиной до 115 нм, что более чем в 5 раз больше, чем длина проективного пробега ионов титана в классической имплантации [13]. Таким образом, очевидно, что даже при короткой по времени имплантации ионов в условиях энергетического воздействия имело место значительное увеличение радиационно-стимулированной диффузии.

Увеличение времени облучения образца до 20 мин привело к следующим результатам. Распределение примеси титана по глубине образца (Рис. 6) получено методом высокочастотной оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда. Толщина ионно-легированного слоя составляет около 1 мкм, что соответствует ее увеличению в

несколько раз. Согласно данным сканирующего электронного микроскопа концентрация титана в приповерхностном слое достигала 20 ат.%,

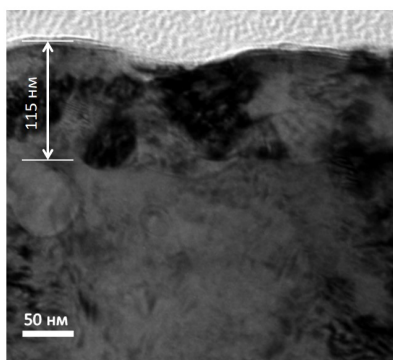


Рис. 5. ПЭМ изображение поперечного сечения образца после энергетического воздействия в течение 3 мин.

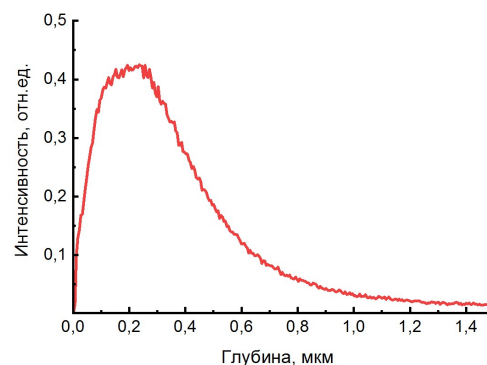


Рис. 6. Распределение примеси титана по глубине образца, модифицированного в течение 20 мин.

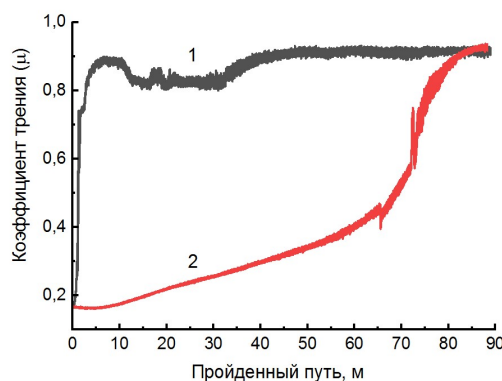


Рис. 7. Графики изменения коэффициента трения исходного образца (1) и модифицированного образца в течение 20 мин (2).

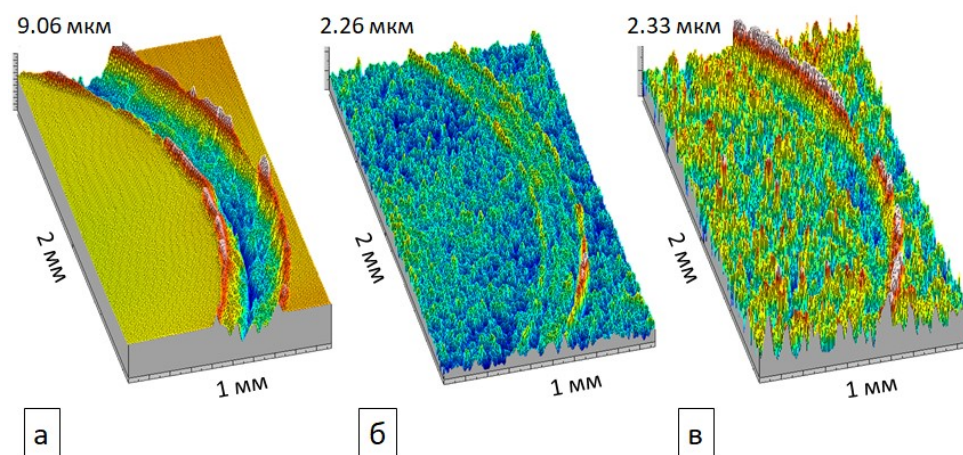


Рис. 8. 3Д-изображения треков износа исходного (а) и модифицированных образцов: б – 3 мин, в – 20 мин.

Для исследования износостойкости и анализа полученных результатов, испытания на износ проводились при таких же параметрах, как и в исследованиях серии образцов, описанных выше, но с увеличением количества циклов для исходного образца и образца, модифицированного в течение 20 мин. Количество циклов (пройденных оборотов) составляло 9500, что равно 88.9 м.

Сравнение данных Рис. 2, 7 и 8 демонстрирует улучшение износостойкости в 2 раза при увеличении времени ионно-лучевой обработки образца с 3 мин до 20 мин. Параметр износа с увеличением количества циклов испытания не является линейным. При увеличении дистанции до 89 м для исходного образца он составил  $4.1 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Н·м. Для образца, модифицированного в течение 20 мин, параметр износа равен  $0.08 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Н·м. Сравнивая полученные данные, можно сделать вывод, что износостойкость была улучшена в 50 раз.

Увеличение время воздействия до 20 мин не изменило значения микротвердости поверхности и осталось на том же уровне 7.5 ГПа.

#### 4. Заключение

Впервые показано, что энергетическое воздействие импульсно-периодическим пучком ионов титана, с длительностью импульса 450 мкс и плотностью мощности в диапазоне от 50 до 100 кВт/см<sup>2</sup>, сформированного при ускоряющем напряжении 35 кВ, на поверхность стали марки AISI 420, приводит к изменению морфологии и эксплуатационных свойств поверхности. Результаты исследований шероховатости поверхности исходного и модифицированных в различных режимах образцов демонстрируют увеличение значений шероховатости *Ra*, что связано с изменением микроструктуры поверхности образцов, в том числе и за счёт её импульсно-периодического плавления. Установлено, что энергетическое воздействие значительно улучшает износостойкость образцов. Максимальные значения этого параметра достигаются в режимах обработки, при которых образцы нагревались до 900 °С и облучались в течение 3 и 20 мин и составили, соответственно,  $0.17 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Н·м и  $0.08 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Н·м. Во втором случае износостойкость возросла в 50 раз по сравнению с исходным образцом. Этот же режим облучения привёл к существенному улучшению микротвердости модифицированного слоя с 2.5 ГПа до 7.5 ГПа.

#### Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, грант № FSWW-2023-0011.

#### 5. Список литературы

- [1] B.A. Koval, G.A. Mesyats, G.E. Ozur, D.I. Proskurovsky, E.B. Yankelevich, *In High-Current Electron Beams in Technology*, Novosibirsk: Nauka, 1983.
- [2] V.A. Shulov, N.A. Nochovnaya, G.E. Remnev, F. Pellerin, P. Monge-Cadet, High-power ion beam treatment application for properties modification of refractory alloys, *Surf. Coat. Technol.*, vol. **99**(1–2), 74, 1998; doi: 10.1016/S0257-8972(97)00408-8
- [3] G.E. Remnev, I.F. Isakov, M.S. Opekounov, V.M. Matvienko, V.A. Ryzhkov, V.K. Struts, I.I. Grushin, A.N. Zakoutayev, A.V. Potyomkin, V.A. Tarbokov, A.N. Pushkaryov, V.L. Kutuzov, and M. Yu. Ovsyannikov, High intensity pulsed ion beam sources and their industrial applications, *Surf. Coat. Technol.*, vol. **114**(2-3), 206, 1999; doi: 10.1016/S0257-8972(99)00058-4
- [4] G.E. Ozur, D.I. Proskurovsky, Generation of low-energy high-current electron beams in plasma-anode electron guns, *Plasma Phys. Rep.*, vol. **44**(1), 18, 2018; doi: 10.1134/S1063780X18010130
- [5] D.J. Rej, D.J. Rej, H.A. Davis, J.C. Olson, G.E. Remnev, A.N. Zakoutaev, V.A. Ryzhkov, V.K. Struts, I.F. Isakov, V.A. Shulov, N.A. Nochevnaya, R.W. Stinnett, E.L. Neau, K. Yatsui, W. Jiang, Materials processing with intense pulsed ion beams, *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. **15**(3), 1089, 1997; doi: 10.1116/1.580435

- 
- [6] I.E. Garkusha, O.V. Byrka, V.V. Chebotarev, N.T. Derepovski, G. Müller, G. Schumacher, N.S. Poltavtsev, V.I. Tereshin, Properties of modified surface layers of industrial steel samples processed by pulsed plasma streams, *Vacuum*, vol. **58**, 195201, 2000; doi: 10.1016/S0042-207X(00)00168-8
- [7] D. Wang, D. Wang, Y. Yang, T. Guo, X. Xiong, Y. Xie, K. Li, B. Li, M. Ghali, Effect of pulse bias voltages on performance of CdTe thin film solar cells prepared by pulsed laser deposition, *Sol. Energy*, vol. **213**, 118, 2021; doi: 10.1016/j.solener.2020.11.041
- [8] A.I. Ryabchikov, D.O. Sivin, O.S. Korneva, et al., High-current-density gas ion ribbon beam formation, *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A*, vol. **81**(10), 1341, 2007; doi: 10.1016/j.vacuum.2007.01.041
- [9] A. Nikmah, D. I. Rudyardjo, J. Ady, A. Taufiq, Studies on density, corrosion rate and hardness characteristics of stainless steel implanted by nitrogen ion, *IOP Conf. Ser., Mater. Sci. Eng.*, vol. **515**(1), 012018, 2019; doi: 10.1088/1757-899X/515/1/012018
- [10] A.I. Ryabchikov, High-Intensity Implantation With an Ion Beam's Energy Impact on Materials, *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. **49**(9), 2529, 2021; doi: 10.1109/TPS.2021.3073942
- [11] A.I. Ryabchikov, D.O. Vakhrushev, S.V. Dektyarev, Features of the formation and diagnostics of powerful metal ion beams with submillisecond duration, *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A*, vol. **1057**, 168711, 2023; doi: 10.1016/j.nima.2023.168711
- [12] M.F. Ashby, J.H. Brunton S.C. Lim, Wear-rate transitions and their relationship to wear mechanisms, *Acta Metall.*, vol. **35**(6), 1343, 1987; doi: 10.1016/0001-6160(87)90016-2
- [13] А.Ф. Буренков, Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, М.М.Темкин, *Таблицы параметров пространственного распределения ионно-имплантированных примесей*, Минск, 1980.