

## Формирование боридных поверхностных сплавов на подложке Ti с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка

*А.В. Соловьев\**, *А.Б. Марков*, *Е.А. Пестерев*, *Е.В. Яковлев*, *В.И. Петров*

*Томский научный центр СО РАН, Томск, Россия*

*\*a.solovyov@hq.tsc.ru*

Проведены исследования морфологии и элементного состава В-Ti поверхностного сплава, формируемого с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка. Сплав формировался путем чередования операций напыления пленки гексаборида лантана на подложку титана и последующей НСЭП обработки с различной плотностью энергии в едином вакуумном цикле. Обнаружено, что для режима формирования поверхностного сплава с плотностью энергии 3.5 Дж/см<sup>2</sup> происходит образование микропор и единичных трещин на поверхности образцов. Показано, что с увеличением плотности энергии НСЭП до энергии 4.5 Дж/см<sup>2</sup> при формировании поверхностного сплава поверхность становится более однородной, количество пор уменьшается. При плотности энергии 5.5 Дж/см<sup>2</sup> трещины полностью отсутствуют. Увеличение плотности энергии приводит к уменьшению содержания бора в поверхностном сплаве. Исследование элементного состава показало, что содержание лантана в поверхностном сплаве не превышает 5 ат.%, Увеличение плотности энергии приводит к увеличению содержания лантана в поверхностном сплаве на единицы ат.%

**Ключевые слова:** низкоэнергетический сильноточный электронный пучок, поверхностный сплав, бор, титан.

### 1. Введение

Благодаря сочетанию высокой удельной прочности стойкости к ползучести, превосходной коррозионной стойкости и низкой теплопроводности титан и его сплавы широко используются в аэрокосмической, биомедицинской, химической, морской, автомобильной и многих других отраслях промышленности. Однако низкая износостойкость титановых сплавов является основным недостатком, который ограничивает их применение, особенно в областях, связанных с трением и износом. Перспективным методом повышения трибологических характеристик является формирование композиционных боридосодержащих поверхностных слоев на поверхности титановых сплавов. Данный подход успешно реализуется различными способами на протяжении десятков лет. Однако, метод реализации данного подхода, а именно формирование в едином вакуумном цикле боридосодержащих поверхностных сплавов с использованием интенсивных импульсных пучков заряженных частиц и потоков плазмы является достаточно новым.

В настоящей работе исследуются закономерности формирования В-Ti поверхностного сплава с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка, а именно влияние плотности энергии электронного пучка на морфологию и элементный состав формируемого поверхностного сплава.

### 2. Методика эксперимента

Поверхностный сплав формировался с использованием электронно-пучковой машины «РИТМ-СП», которая объединяет на одной вакуумной камере магнетронную распылительную систему и источник низкоэнергетических (10–30 кэВ) сильноточных (до 25 кА) электронных пучков с длительностью импульса 2–4 мкс и диаметром пучка 60–80 мм. [1]. Сплав формировался путем чередования операций напыления боридосодержащей пленки на подложку и последующей НСЭП обработки полученной системы пленка/подложка в едином вакуумном цикле. В качестве боридосодержащей мишени для магнетрона был выбран материал гексаборида лантана LaB<sub>6</sub>, обладающий необходимыми свойствами для магнетронного осаждения. В качестве подложек использовались образцы из

титана (99.95 вес.%) размерами  $15 \times 15 \times 2$  мм<sup>3</sup>. Пленки напылялись путем магнетронного распыления мишени из гексаборида лантана LaB<sub>6</sub>, скорость напыления составляла  $\approx 4$  мкм/ч. Режимы, в которых формировался В-Тi поверхностный сплав, приведены в Таблице 1. Толщина напыленной пленки гексаборида лантана была 0.5 мкм. Перед осаждением пленок подложки облучали НСЭП (30 импульсов при плотности энергии  $\approx 3.5$  Дж/см<sup>2</sup>), для очистки и гомогенизации поверхности.

Таблица 1. Режимы формирования В-Тi поверхностного сплава.

Режим	Плотность энергии НСЭП, Дж/см <sup>2</sup>	Количество импульсов облучения НСЭП	Толщина пленки LaB <sub>6</sub> , напыляемая за один цикл, мкм	Количество циклов
1	3.5	4	$\approx 0.5$	1
2	4.5	4	$\approx 0.5$	1
3	5.5	4	$\approx 0.5$	1

Исследование морфологии поверхностных слоев образцов осуществлялось с использованием методов растровой электронной микроскопии (РЭМ). Элементный анализ поверхности образцов проводился методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Исследования проводились на оборудовании Томского материаловедческого центра коллективного пользования Томского государственного университета (ТМЦКП НУ ТГУ).

### 3. Результаты и обсуждения

На Рис. 1 представлены РЭМ изображения поверхности образцов с В-Тi поверхностным сплавом сформированный в различных режимах, а также образец с магнетронным боридосодержащим покрытием. На Рис. 1а представлено РЭМ изображение поверхности образца с магнетронным покрытием. Поверхность образца однородная, бездефектная и повторяет рельеф титановой подложки после НСЭП обработки. Причина появления такого рельефа кроется в модификации поверхности электронным пучком, которая приводит к образованию глобулярной структуры с субструктурными выделениями внутри в виде мелкодисперстной пластинчатой структуры. Это образование связывают в основном с мартенситным переходом после взаимодействия с концентрированными потоками энергии [2]. Для образца сформированного в режиме 1 морфология поверхности имеет вид апельсиновой корки, присутствуют дефекты в виде микропор и единичных трещин (Рис. 1б). Такой вид поверхности свидетельствует о неравномерном перемешивании напыляемой пленки с подложкой. Сказывается различие теплофизических свойств материалов пленки и подложки. Температура плавления пленки бора (2348 К) выше температуры плавления подложки из титана (1941 К). А теплоемкость пленки бора (1463 Дж/(кг К) почти в три раза превышает теплоемкость подложки из титана (555.5 Дж/(кг К)). С увеличением плотности энергии при формировании поверхностного сплава (режим 2) поверхность становится более однородной, но рельефной. Дефекты в виде трещин не наблюдаются, количество микропор уменьшается (Рис. 1в). В режиме 3 дефекты в виде трещин полностью отсутствуют (Рис. 1г). Однако на поверхности сформированного боридосодержащего поверхностного сплава в режиме 3 наблюдаются округлые частицы размеры которых преимущественно находятся в диапазоне от 3.3 до 0.7 мкм в диаметре. Размеры микропор в диаметре уменьшаются до 0.8 мкм. Подобная структура поверхности с порами и частицами наблюдалась ранее при формировании покрытия Ti/AlTiN [3].

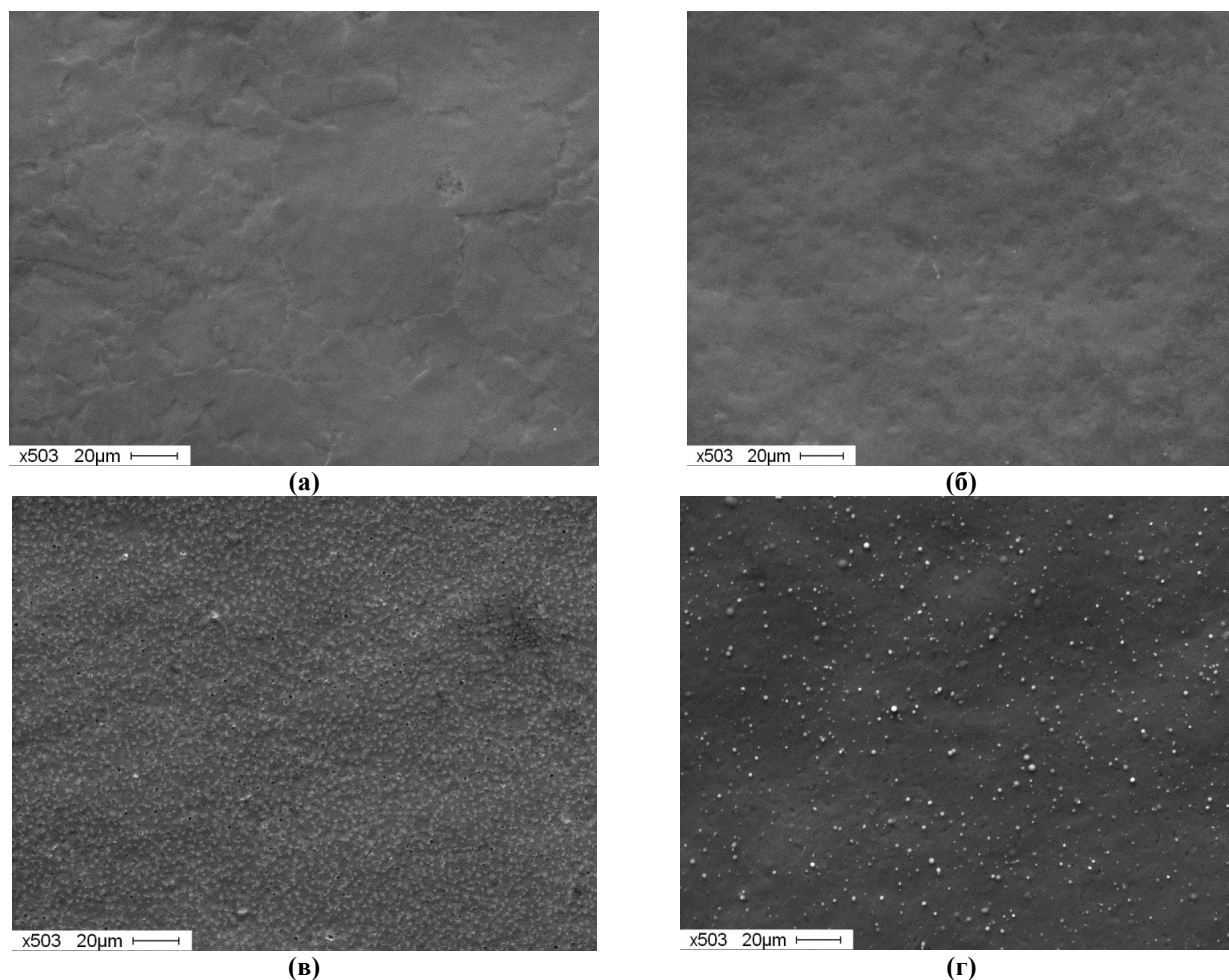


Рис. 1. РЭМ изображения поверхности образцов: покрытие В (а), В-Ті поверхностный сплав, сформированный в режимах 1 (б), 2 (в), 3 (г).

Исследование элементного состава показало, что среднее содержание бора в поверхностном слое для магнетронного покрытия составляет  $87.0 \pm 0.1$  ат.%, для сплава сформированного в режиме 1, составляет  $66.0 \pm 3.4$  ат.%, для сплава сформированного в режиме 2, составляет  $31.6 \pm 17.2$  ат.%. Для данного образца наблюдалась большая неоднородность распределения бора по поверхности. При увеличении плотности энергии до  $5.5 \text{ Дж/см}^2$  (режим 3) содержание бора уменьшается до  $27.1 \pm 5.7$  ат.%. Для этого режима наблюдается более однородное распределение бора по поверхности сформированного сплава по сравнению с режимом 2.

Увеличение плотности энергии в импульсе приводит к увеличению толщины расплава системы пленка-подложка, времени его существования, а также увеличивает его температуру (градиент температурных полей). Увеличение толщины расплава увеличивает долю материала подложки, а время жизни расплава и температура способствует более интенсивному протеканию процессов массопереноса, что в комплексе приводит к формированию поверхностного сплава с более однородной, с точки зрения морфологии и распределения элементов, поверхности.

Для формирования боридосодержащего поверхностного сплава при магнетронном осаждении использовалась мишень гексаборида лантана  $\text{LaB}_6$ . Исследование элементного состава показало, что среднее содержание лантана в поверхностном слое для магнетронного покрытия составляет  $1.2 \pm 0.0$  ат.%, для сплава сформированного в режиме 1 составляет

$2.0 \pm 0.3$  ат.%, для сплава сформированного в режиме 2 составляет  $4.1 \pm 1.3$  ат.%, для сплава сформированного в режиме 3 составляет  $3.6 \pm 0.2$  ат.%.

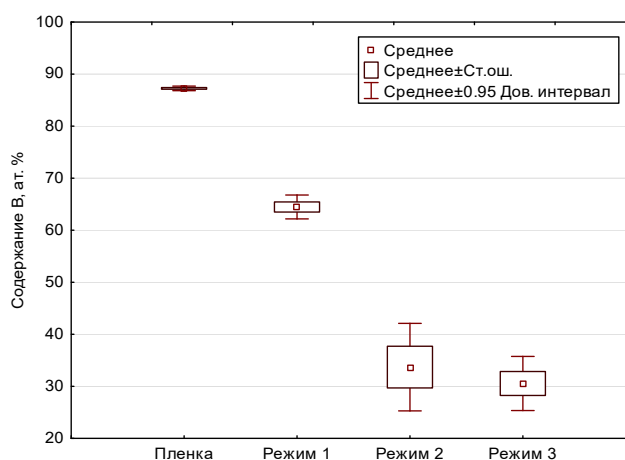


Рис. 2. Содержание бора в магнетронном покрытии и в поверхностных сплавах, сформированными в режимах 1–3.

#### 4. Заключение

Проведены исследования морфологии и элементного состава В-Тi поверхностного сплава, формируемого с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка. Сплав формировался путем чередования операций напыления пленки гексаборида лантана на подложку титана и последующей НСЭП обработки с различной плотностью энергии в едином вакуумном цикле. Обнаружено, что для режима формирования поверхностного сплава с плотностью энергии  $3.5 \text{ Дж/см}^2$  происходит образование микропор и единичных трещин на поверхности образцов. Показано, что с увеличением плотности энергии НСЭП до энергии  $4.5 \text{ Дж/см}^2$  при формировании поверхностного сплава поверхность становится более однородной, количество пор уменьшается. При плотности энергии  $5.5 \text{ Дж/см}^2$  трещины полностью отсутствуют. Увеличение плотности энергии приводит к уменьшению содержания бора в поверхностном сплаве. Исследование элементного состава показало, что содержание лантана в поверхностном сплаве не превышает 5 ат.%, Увеличение плотности энергии приводит к увеличению содержания лантана в поверхностном сплаве на единицы ат.%.

#### Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания ТНЦ СО РАН проект № FWRP-2024-0006

#### 5. Список литературы

- [1] A.B. Markov, A.V. Mikov, G.E. Ozur, A.G.Padei, A РИТМ-СП facility for the surface alloying, *Instrum. and Experim. Tech.*, vol. **54**, 862, 2011, doi: 10.1134/S0020441211050149
- [2] E.A. Pesterev, A.V. Solovyov, E.V. Yakovlev, A.B. Markov, Changes in the Surface Structure and Properties of Zirconium Upon Exposure to a Low-Energy High-Current Electron Beam, *Russian Physics Journal*, vol. **65**, 1650, 2023, doi: 10.1007/s11182-023-02814-6
- [3] Ch. Tan, T. Kuang, K. Zhou, H. Zhu, Y. Deng, X. Li, P. Cai, Z. Liu, Fabrication and characterization of in-situ duplex plasma-treated nanocrystalline Ti/AlTiN coatings, *Applied Surface Science*, vol. **42**, 10793, 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.03.207