

**ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ  
ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СИСТЕМЫ «ПОКРЫТИЕ ИЗ ТАНТАЛА-ОСНОВА ИЗ НИКЕЛИДА  
ТИТАНА»**

М.А.Захарова<sup>1</sup>, М.Г. Остапенко<sup>1,2</sup>, Л.Л. Мейснер<sup>2</sup>

Научный руководитель – к.ф.-м.н. М.Г.Остапенко

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,  
Россия, г.Томск, пр. Академический, 2/4, 634021

E-mail: [tibiboreth@gmail.com](mailto:tibiboreth@gmail.com)

**ELECTRON BEAM TREATMENT INFLUENCE ON PHASE STATE OF SURFACE LAYERS OF  
THE «TANTALUM COATING- NICKEL TITANIUM SUBSTRATE» SYSTEM**

M.A. Zakharova<sup>1</sup>, M.G. Ostapenko<sup>1,2</sup>, L.L. Meisner<sup>2</sup>, E.Yu. Gudimova<sup>2</sup>

Scientific supervisor: PhD M.G.Ostapenko

<sup>1</sup>Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskyy Ave., 2/4, 634021

E-mail: [tibiboreth@gmail.com](mailto:tibiboreth@gmail.com)

***Annotation.** The evolution of the structural phase states in the Tantalum coatings formed on the NiTi substrate and their change after low energy high-current pulsed electron beam (ЛЕHCРЕВ) treatment has been investigated by using X-ray diffraction technique. It was found that after ЛЕHCРЕВ at  $E = 15 \text{ J/cm}^2$  of coated samples  $\alpha$ -Ta phase of the coating remains. In addition to the B2 phase of the substrate the  $\beta$ -Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> phase and martensite phase B1' were detected in the surface layer. The appearance of martensite probably occurred due to the partial dissolution of Ta in TiNi.*

При использовании сплавов на основе никелида титана для изготовления медицинских имплантатов требуется повышение их коррозионной стойкости и создание биосовместимых барьерных поверхностных слоев, т.к. возможен выход на поверхность сплава ионов никеля [1]. Кроме того, важным условием при проведении эндоскопических операций является рентгеноконтрастность материала имплантата. Тантал имеет большой коэффициент поглощения рентгеновского излучения, покрытия из Таобладают хорошей биосовместимостью[2]. Таким образом, формирование на поверхности никелида титана покрытий из тантала может предотвратить выход ионов никеля и увеличить рентгеноконтрастность изделий. Однако рельеф поверхности никелида титана может изменяться в результате структурных мартенситных превращений, поэтому следует уделять особое внимание адгезионной прочности покрытий и способам ее повышения. Для решения данных задач может быть использована комбинированная обработка, состоящая из нанесения покрытия с последующей его модификацией низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП). Вследствие этого в поверхностных слоях образцов возможно формирование трехкомпонентных сплавов без резко

выраженных границ раздела между покрытием и основой, что должно сопровождаться увеличением сцепления покрытий из тантала с основой из никелида титана. Целью данной работы является исследование влияния обработки НСЭП на фазовый состав поверхностных слоев образцов из никелида титана с покрытиями из тантала.

**Материалы и методы исследования.** Магнетронное осаждение тантала на поверхность сплава  $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$  осуществлялось на установке КВАНТ-М, толщина покрытия составила 400 нм (далее – образцы 400Ta/TiNi). Обработку НСЭП проводили при плотности энергии в пучке  $E=15 \text{ Дж/см}^2$  (далее – образцы  $(400Ta/TiNi)^{e15}$ ). Рентгеноструктурные исследования осуществлялись с использованием симметричных и асимметричных схем съемок при комнатной температуре на дифрактометре ДРОН-7 в  $Co-K_{\alpha}$  излучении.

**Результаты и обсуждение.** Анализ рентгенограмм, полученных в симметричной схеме съемок для образцов TiNi выявил наличие рефлексов от двух фаз – B2 (TiNi) и менее 5 об.%  $Ti_2Ni$  (рис.1 а). После осаждения покрытий не наблюдается рентгеновских линий  $Ti_2Ni$  фазы, а новые рефлексы отвечают объемно-центрированной кубической  $\alpha$ -Ta и тетрагональной  $\beta$ -Ta фазам покрытия (рис.1 б). На рентгеновских дифракционных картинах для образцов 400Ta/TiNi, снятых в асимметричной геометрии, интенсивность рефлексов фаз  $\alpha$ -Ta и  $\beta$ -Ta увеличивается, а B2 фазы уменьшается при изменении угла  $\alpha$  от  $12^\circ$  до  $3^\circ$ . При наименьшем угле скольжения  $\alpha=3^\circ$  почти весь анализируемый слой составляет материал покрытия. Это означает, что покрытия из Ta толщиной 400 нм значительно поглощают рентгеновское излучение. При этом соотношение объемных долей фаз  $\alpha$ - и  $\beta$ -Ta при изменении геометрии съемок практически не меняется, что может свидетельствовать об однородности осажденного покрытия.

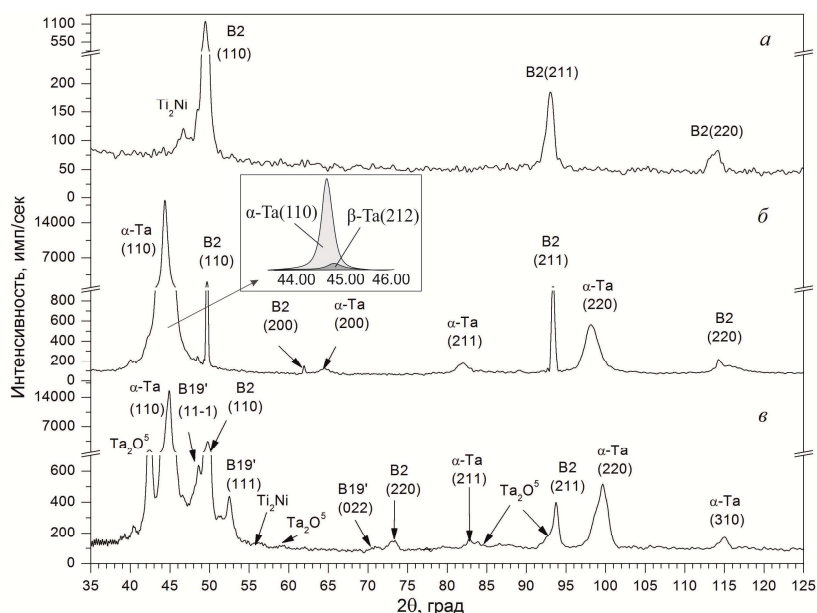


Рис. 1. Фрагменты рентгенограмм, полученных для образцов TiNi (а), 400Ta/TiNi (б) и  $(400Ta/TiNi)^{e15}$  (в) с использованием симметричной схемы съемок.  $CoK_{\alpha}$ -излучение

Для обработанных НСЭП образцов  $(400Ta/TiNi)^{e15}$  анализ рентгенограмм, снятых с использованием симметричных схем съемок (рис.1 в), выявил исчезновение рефлексов фазы  $\beta$ -Ta. Это может быть обусловлено переходом фазы  $\beta$ -Ta в  $\alpha$ -Ta во время электронно-пучковой обработки ввиду достижения

температуры перехода 750°C. Помимо фазы В2 (TiNi) материала-основы и  $\alpha$ -Ta фазы покрытия, на рентгенограмме обнаружены дополнительные рефлексы, соответствующие  $\beta$ -фазе оксида тантала Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и низкотемпературной фазе В19'. Объемная доля мартенситной фазы В19' составила не более ~10 об.%, а Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 20 об.%. Анализ рентгенограмм образцов (400Ta/TiNi)<sup>e15</sup>, полученных с использованием асимметричных схем съемок показал, что интенсивность линий В2 фазы значительно уменьшается при уменьшении угла скольжения. Качественная оценка относительной доли фазы В19' показала, что в поверхностном слое содержание мартенситной фазы достигает 30 об.%, а с увеличением глубины анализируемого слоя её содержание уменьшается до 10 об.%. Появление мартенситной фазы на дифракционных картинах образцов (400Ta/TiNi)<sup>e15</sup> может быть обусловлено частичным растворением тантала в никелиде титана. Формирование в поверхностном слое трехкомпонентного сплава на основе TiNi, легированного Ta, могло привести к сдвигу температурных интервалов прямого и обратного мартенситных превращений на 30-50 градусов выше, чем в сплаве Ti<sub>49,5</sub>Ni<sub>50,5</sub> [3].

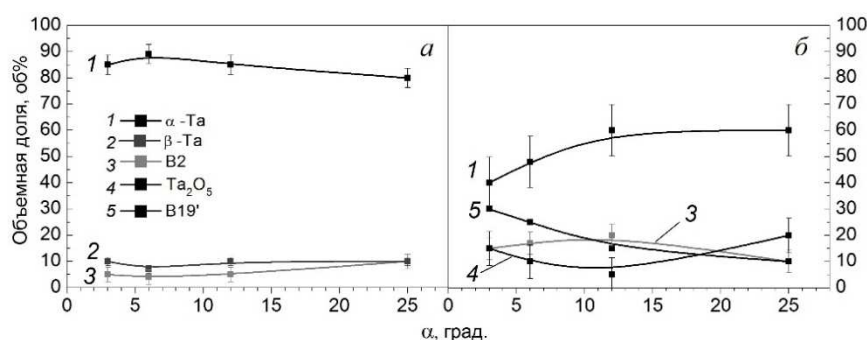


Рис.2. Изменение объемной доли фаз  $\alpha$ -Ta (1),  $\beta$ -Ta (2), В2 (3), Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (4), В19' (5) в зависимости от геометрии съемок для образцов до (а) и после (б) обработки электронным пучком

Таким образом, обработка электронным пучком образцов из TiNi с покрытием из Ta субмикронной толщины приводит к образованию на поверхности образцов фазы Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, исчезновению фазы  $\beta$ -Ta, а также к формированию трехкомпонентного сплава на основе TiNi, легированного Ta, что подтверждается наличием мартенситной фазы В19' в приповерхностном объеме образцов.

*Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (проект III.23.2.1).*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zabolotnyi V.T., Belousov O.K., Palii N.A., Goncharenko B.A., Armaderova E.A., Sevost'yanov M.A. Materials Science Aspects of the Production, Treatment, and Properties of Titanium Nickelide for Application in Endovascular Surgery // Russian Metallurgy (Metally). – 2011. - № 5. - P. 437-448.
2. МейснерЛ.Л., ГудимоваЕ.Ю., ОстапенкоМ.Г., ЛотковА.И. Адгезионнаяпрочностьструктурно-фазовыесостоянияпокрытийизтанталаиповерхностныхслоевникелидатитана // Деформацияиразрушениематериаловинаноматериалов: СборникдокладовVМеждунар. конф. – Москва, 2013. – Т1. – С.472-474. MaJ.L. Effects of tantalum addition on transformation behavior of (Ni<sub>51</sub>Ti<sub>49</sub>)<sub>1-x</sub>Ta<sub>x</sub> and Ni<sub>50</sub>Ti<sub>50-y</sub>Ta<sub>y</sub> shape memory alloys // Materials Science and Technology. - 2000. – V. 167. – P. 716-719.