

ИССЛЕДОВАНИЕ УПРОЧНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ СТАЛЕЙ ПРИ КОМБИНИРОВАННОМ ИОННОМ И ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Борисов Анатолий Михайлович,

д-р физ.-мат. наук, профессор кафедры ТОМПВЭ МАТИ – Российский государственный технологический университет им. К.Э. Циолковского, Россия, 109383, Москва, ул. Полбина, 45. E-mail: anatology_borisov@mail.ru

Крит Борис Львович,

д-р техн. наук, профессор МАТИ – Российский государственный технологический университет им. К.Э. Циолковского, Россия, 109383, Москва, ул. Полбина, 45. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Куликаускас Вацловас Станиславович,

канд. физ.-мат. наук, заведующий лабораторией Научно-исследовательского института ядерной физики им. Д.В. Скобельцына МГУ имени М.В. Ломоносова, Россия, 119991, ГСП-1, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 2. E-mail: vaclav@anna19.sinp.msu.ru

Семенова Наталья Леонидовна,

канд. физ.-мат. наук, доцент физического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова, Россия, 119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Суминов Игорь Вячеславович,

д-р техн. наук, профессор, МАТИ – Российский государственный технологический университет им. К.Э. Циолковского, Россия, 109383, Москва, ул. Полбина, 45. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Тихонов Сергей Александрович,

ст. преподаватель МАТИ – Российский государственный технологический университет им. К.Э. Циолковского, Россия, 109383, Москва, ул. Полбина, 45. E-mail: laser001@yandex.ru

Актуальность работы обусловлена необходимостью разработок и исследования новых методов модификации физико-механических свойств поверхности стальных деталей различных приборов и устройств.

Цель работы: исследование комбинированного воздействия ионных и лазерных пучков на физико-механические свойства поверхности конструкционных и инструментальных сталей.

Методы исследования: спектрометрия резерфордовского обратного рассеяния, измерение микротвердости по Виккерсу, компьютерное моделирование взаимодействия ионов с твердым телом.

Результаты: Экспериментально полученные данные говорят о перспективности комбинированной ионно-лазерной обработки сталей. Найдено, что обработка ионами титана и последующее лазерное термоупрочнение увеличивают микротвердость стали 45 и У8 до 6 раз. Оценены возможности предложенной аналитической методики определения основных параметров полиэнергетической ионной имплантации с использованием вакуумно-дугового ионного источника. Сравнивая результаты моделирования и спектрометрии резерфордовского обратного рассеяния, можно говорить о возможности использования модели для оптимизации процессов ионной имплантации.

Ключевые слова:

Высокодозная ионная имплантация, лазерная термообработка, модификация поверхности, микротвердость.

Введение

Обработка материалов концентрированными потоками энергии позволяет в широком диапазоне изменять физико-химические свойства поверхности. Для модификации поверхности материалов интенсивно используются ионные и лазерные пучки. При ионной обработке, в частности ионной имплантации, поверхностные свойства материалов модифицируются в результате внедрения вы-

сокоэнергетических ионов, вызывающих изменение элементного состава (легирование) и структурно-фазового состояния приповерхностных слоев. С помощью ионной имплантации удастся направленно изменять такие свойства материалов, как микротвердость, износостойкость, коррозионную стойкость, жаростойкость, а также фрикционные, оптические, магнитные, эмиссионные свойства и др.

Развитие лазерной техники вызвало широкое применение лазеров для обработки материалов. Одним из перспективных направлений лазерной технологии с точки зрения модификации свойств материалов является поверхностное лазерное упрочнение, при котором направленно изменяется структурно-фазовое состояние приповерхностных слоев путем импульсной термообработки. Перспективность такой технологии обусловлена возможностью создания различных новых поверхностных структур с улучшенными физико-химическими и механическими свойствами в достаточно толстых слоях при использовании относительно простого оборудования.

Анализ различных технологических процессов показал, что эффективность лазерных методов обработки могла быть значительно увеличена за счет создания лазерных комбинированных методов, основанных на объединении лазерных источников с другими источниками энергетического воздействия на материалы.

При ионной обработке конструктивных материалов существенное изменение свойств происходит при достижении концентрации примесей, по плотности сравнимой с плотностью твердого тела. Для этого необходимые дозы облучения составляют порядка 10^{16} – 10^{18} ион/см² (диапазон высоких доз). Для высокодозной ионной имплантации (ВИИ) используют ионы с энергией, при которой их пробег в материале превышает толщину распыленного слоя. При энергии ионов $\approx 10^4$ – 10^6 эВ глубина залегания ионов составляет 0,1–1 мкм [1, 2].

Высокодозную ионную имплантацию можно рассматривать как сложное химическое, термическое и механическое воздействие на материалы. ВИИ обладает рядом преимуществ перед другими способами обработки материалов (например, напылением).

В настоящее время интенсивно развиваются работы по модификации свойств конструктивных материалов ионно-плазменными потоками, позволяющими изменять физико-механические, электрофизические, электрохимические свойства поверхностного слоя материалов и изделий из них [2]. В этих работах снижаются требования к моноэнергетичности и чистоте ионного пучка при необходимости повышения производительности (дозы обработки 10^{16} – 10^{18} см⁻²) и площади обрабатываемых изделий (соответственно, ионного пучка) до 10^2 – 10^3 см².

Высокую производительность имеют бескапационные технологические имплантеры с вакуумно-дуговыми импульсными ионными источниками металлов типа MEVVA (metal vapor vacuum arc), при этом данные источники имеют сложный состав ионного пучка как по зарядности ионов, так и их энергии [2, 3]. Энергия однозарядных ионов определяется ускоряющим напряжением, энергии многозарядных ионов являются кратными энергии однозарядных, следовательно, данная ионная имплантация является полиэнергетической.

Настоящая работа посвящена изучению комплексного воздействия на микротвердость поверхности конструктивных и инструментальных сталей полиэнергетических пучков ионов металлов, получаемых с помощью вакуумно-дугового источника, и лазерного термоупрочнения.

Методика эксперимента

Устройство используемого в работе бескапационного имплантера с импульсным вакуумно-дуговым ионным источником иллюстрирует схема, представленная на рис. 1.

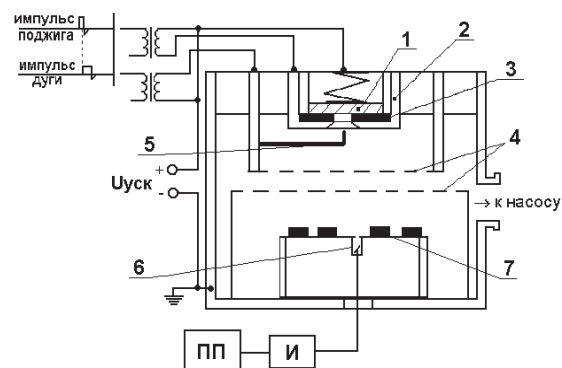


Рис. 1. Схема установки имплантации с импульсным вакуумно-дуговым ионным источником [4]

Поджиг дуги инициируется электрическим пробоем кольцевого керамического изолятора – 3 между сменным водоохлаждаемым катодом – 1 диаметром 10 мм и поджигающим электродом – 2. Дуговой разряд поддерживается импульсным источником питания, обеспечивающим в течение 300 мкс ток дуги около 300 А. Ускорение ионов материала катода, генерируемых вакуумной дугой, происходит в электростатическом поле между вольфрамовыми сетками ионно-оптической системы – 4. Применение стержневой анодной вставки – 5 позволяет более чем в 3 раза увеличить ток извлекаемых ионов за счет изменения индикатрисы выхода ионов из катода. Дозиметрия ионного облучения образцов, устанавливаемых на предметный столик – 7, производится с помощью цилиндра Фарадея – 6 и интегратора тока (И). Интегратор тока преобразует заряд, прошедший через цилиндр Фарадея, в частоту следования импульсов, суммируемых затем пересчетным прибором (ПП). Имплантер позволяет получать широко апертурные круглого сечения (диаметр выходной апертуры 30 см) пучки ионов металлов с током 0,1–1 А, длительностью импульсов ~ 300 мкс, частотой следования импульсов до 50 Гц. Максимальное значение ускоряющего напряжения $U_{\text{уск}} = 50$ кВ.

Условия облучения образцов конструктивных сталей (Ст. 45, 40Х13, У8) и графита, выбранного в качестве образца, – свидетеля полиэнергетической ионной имплантации – представлены в табл. 1.

Элементный состав имплантированного слоя определяли с помощью спектрометрии резерфор-

довского обратного рассеяния пучка ионов гелия энергии 2 МэВ, получаемого на электростатическом ускорителе НИИЯФ МГУ, по методике аналогичной работе [4, 5].

Лазерную обработку проводили на серийной установке лазерного термоупрочнения «Квант-18» с плотностью мощности лазерного излучения, при которой сохранялась микрогеометрия поверхности и не происходило её оплавления $\sim 2 \cdot 10^5$ Вт/см², длительность импульсов 8 мс, коэффициент перекрытия импульсов 0,7.

Микротвердость по Виккерсу измеряли на универсальном измерительном комплексе «METAL-PLAN» фирмы LEITZ при нагрузках на индентор от 50 до 100 г.

Результаты и их обсуждение

Полученные в настоящей работе экспериментальные данные полиэнергетической высокодозной имплантации (табл. 1) рассматривали в рамках аналитической модели высокодозной ионной имплантации, в которой учитывается только один доминирующий фактор – распыление мишени ионной бомбардировкой [5].

При полиэнергетической имплантации, когда энергия ионов определяется их зарядом $q=1,2,3,\dots$, парциальные концентрационные профили ионов в мишени $N_q(x)$ могут быть описаны в виде:

$$N_q(x) = \frac{N_0 n_q}{2S} \left[\operatorname{erf} \left(\frac{x + \frac{F}{N_0} S - R_q}{\sqrt{2\Delta R_q}} \right) - \operatorname{erf} \left(\frac{x - R_q}{\sqrt{2\Delta R_q}} \right) \right],$$

где N_0 – концентрация атомов мишени; n_q – относительная концентрация ионов с зарядом q в пучке; R_q и ΔR_q – соответственно проективный пробег и среднеквадратичный разброс проективного пробега ионов с зарядом q ; F – флюенс имплантации. Коэффициент распыления при полиэнергетическом ионном облучении:

$$S = \sum_{q=1}^n S_q n_q,$$

где S_q – коэффициент распыления мишени ионами с зарядом q . Значения S_q рассчитывали с помощью программ SRIM.

Суммарный концентрационный профиль имплантированных атомов:

$$N(x) = \sum_{q=1}^n N_q(x).$$

Интегральная доза имплантации:

$$D_p = \int D(x) dx.$$

Пример расчетов парциальных и суммарного концентрационных профилей приведен на рис. 2, 3. Суммарный концентрационный профиль суще-

ственно определяется зарядовым составом ионного пучка (рис. 2).

Таблица 1. Параметры ионной имплантации и результаты спектрометрии резерфордского обратного рассеяния при имплантации ионов в графит

Катод	Концентрация ионов в пучке, $q=1+, 2+, 3+, 4+, 5+, \%$	$q_{\text{ф}}$	$U_{\text{ус}}$, кВ	F , 10^{17} ион/см ²	Результаты спектрометрии ROP и моделирования		
					$D_{\text{роп}}$, 10^{17} атом/см ²	S	$D_{\text{расч}}$, 10^{17} атом/см ²
Ti	11, 75, 14	2,1	35	6,0	1,7	1,55	3,0
Al	38, 51, 11	1,7	35	0,4	0,73	0,67	0,4
Nb	1, 24, 51, 22, 2	3,0	35	3,0	0,39	3,24	1,34
Cu	16, 63, 20,1	2,0	35	0,6	0,6	0,99	0,59
Cr	10, 68, 21, 1	2,1	35	4,2	2,5	1,75	3,0
Pb	36, 64	1,6	20	0,3	0,2	3,07	0,24

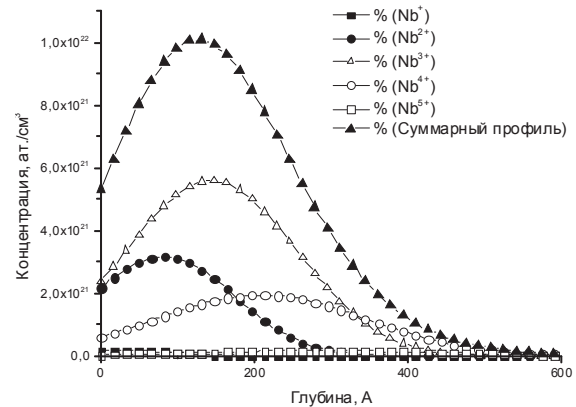


Рис. 2. Парциальные и суммарный концентрационные профили ниобия, имплантированного в сталь 40Х13 при флюенсе облучения $F=3 \cdot 10^{17}$ см²

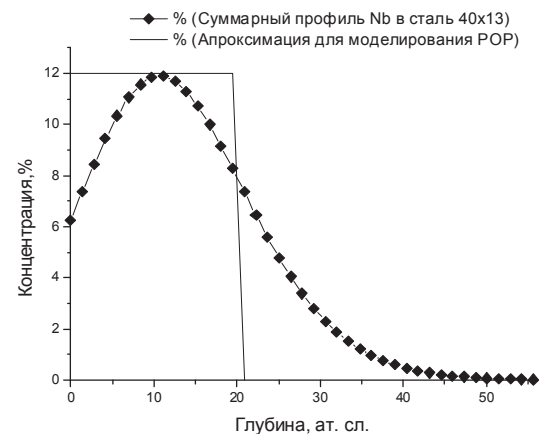


Рис. 3. Суммарный профиль Nb в стали 40Х13 и его аппроксимация для моделирования ROP

Анализ спектров ROP при флюенсе облучения свыше 10^{17} см² выявил наличие примесей, имплантированных в образцы. Выявленные примеси (не более 5 % от имплантированного элемента), такие как вольфрам, молибден, алюминий, являются элементами ионного источника. При ионной

имплантации титаном также обнаружен и кислород, атомная концентрация которого сопоставима с концентрацией имплантированного титана, что говорит о возможном образовании на поверхности образца оксидов титана типа TiO и Ti_2O_3 .

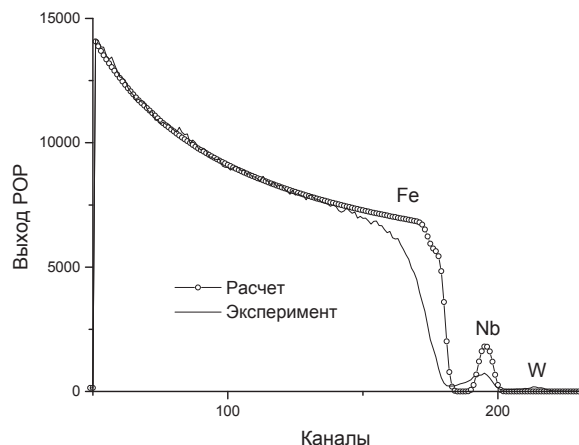


Рис. 4. Сравнение расчетного и экспериментального спектров РОР для Nb, имплантированного в сталь 40Х13

Некоторые расхождения формы пиков для Nb, имплантированного в сталь 40Х13 (рис. 4), могут быть также связаны с выбранной аппроксимацией его расчетного профиля (рис. 3).

Так как на концентрационный профиль имплантированного элемента оказывает существенное влияние зарядность ионов, определяющая пробег ионов в материале и распыление поверхности, а также их парциальный состав в пучке, от которого зависит общий профиль, то результаты расхождения моделирования полиэнергетической ионной имплантации с экспериментом (табл. 1) могут быть связаны со следующими факторами:

1. Различие использованных данных работы [3] по зарядовому составу n_q ионных пучков, генерируемых вакуумно-дуговыми ионными источниками типа MEVVA (табл. 1) с соответствующим составом для ионного источника имплантера.
2. Концентрация внедренного элемента зависит от коэффициента распыления S , который является функцией зарядности ионов q . Величина проективного пробега, в свою очередь, зависит от энергии ионов, представляющей собой произведение зарядности q и ускоряющего напряжения $U_{\text{ук}}$. Таким образом, из-за указанного несоответствия данных по зарядности неизвестно, какое влияние на расхождение расчетного и экспериментального спектров РОР было больше: коэффициента распыления или проективного пробега.
3. В данной модели использовались значения проективных пробегов, страгглингов и коэффициентов распыления, рассчитанные с помощью программы SRIM. Эта программа моделирует распыление в режиме линейных каскадов. В нашем случае имплантируются тяжелые ионы и, следовательно, возможен режим тепловых пиков, который в программе SRIM не учитывается.

4. Наличие примесей также может оказывать влияние на концентрационный профиль имплантированной примеси, т. к. при моделировании процесса имплантации наличие примеси не учитывается в расчетах.

В табл. 2 приведены результаты измерения микротвердости при нагрузке на индентор 50 г и параметры ионной имплантации для сталей 40Х13, ст. 45, У8.

Таблица 2. Параметры ионной имплантации и микротвердость сталей

№	Ион	Ускоряющее напряжение, кВ	Флюенс облучения, ион/см ²	Время облучения, мин	Микротвердость, Нv		
					40X13	Сталь 45	У8
1	Исходный материал				301±4	105±4	104±3
2	Cu	35	5,8·10 ¹⁶	110	380±5	126±3	151±3
3	Pb	20	3·10 ¹⁶	52	393±6	113±3	154±6
4	A	35	4·10 ¹⁶	70	389±5	123±5	129±4
5	Ti	35	2·10 ¹⁷	135	537±10	159±6	183±5
6	Nb	35	3·10 ¹⁷	162	546±9	158±5	175±6

Рассчитанная с помощью программы SRIM глубина пробега ионов в стали не превышает 0,1 мкм, а глубина вдавливания индентора составляет единицы микрометров. Эффект увеличения микротвердости в таких случаях обычно связывают с эффектами дальнего действия ионной имплантации [6].

Одним из механизмов таких эффектов считают радиационно-стимулированную диффузию точечных дефектов и образования дислокационных петель, которые вызывают искажение решетки и упрочняют материал [1, 6]. Поток междоузельных атомов вглубь образца может вызвать переползание дислокаций. Таким образом, радиационные дефекты и упругие напряжения могут проникать на значительно большие глубины, чем пробег ионов, оказывая существенное влияние на свойства поверхностного слоя.

Выявлено, что значительное увеличение микротвердости поверхности наблюдается при ионной бомбардировке ионами титана и ниобия.

После ионной имплантации на установке «Квант-18» проводили лазерное термоупрочнение образцов из конструкционных и инструментальных сталей. Результаты измерения микротвердости представлены на рис. 5.

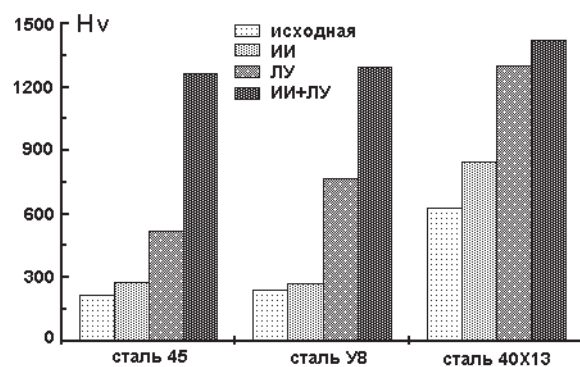


Рис. 5. Влияние ионной имплантации титана и лазерной обработки на микротвердость сталей 45, У8, 40Х13

Резкое увеличение микротвердости сталей при комбинированном ионно-лазерном воздействии можно объяснить влиянием радиационных дефектов, образованных ионами, и внедренной примеси на последующее формирование структуры закалки при лазерном термоупрочнении, изменением микроструктуры поверхности и, в частности, повышением дисперсности мартенсита.

Выводы

1. С использованием спектрометрии резерфордовского обратного рассеяния имплантированных образцов оценены возможности аналитической методики определения основных параметров полиэнергетической ионной имплантации с использованием вакуумно-дугового ионного источника.
2. Проведены исследования влияния ионной имплантации на упрочнение поверхности конструкционных и инструментальных сталей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Комаров Ф.Ф. Ионная имплантация в металлы. – М.: Металлургия, 1990. – 216 с.
2. Быковский Ю.А., Неволин В.Н., Фоминский В.Ю. Ионная и лазерная имплантация металлических материалов. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 240 с.
3. Физика и технология источников ионов / под ред. Я. Брауна. – М.: Мир, 1998. – 496 с.
4. Особенности импульсной полиэнергетической ионной имплантации / А.М. Борисов, Б.Л. Крит, С.А. Тихонов, И.В. Суминов, В.Г. Сухарев, В.С. Куликаускас // Известия РАН. Серия физическая. – 2000. – Т. 64. – № 4. – С. 737–740.
5. Особенности ионной имплантации с использованием вакуумно-дугового ионного источника / А.М. Борисов, Н.В. Бородулина, Б.Л. Крит, С.А. Тихонов // Прикладная физика. – 2004. – № 1. – С. 89–93.
6. 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.

Установлено, что ионная имплантация увеличивает микротвердость поверхности сталей на 20...80 % в зависимости от сорта ионов. Наилучшие результаты повышения микротвердости сталей У8, 45 и 40Х13 в 1,5–1,8 раз дала обработка ионами титана и ниобия при флюенсах облучения $\sim 10^{17}$ см⁻².

3. Проведены исследования влияния лазерной термообработки на микротвердость сталей. Полученные результаты говорят об увеличении микротвердости поверхности сталей У8, 45 и 20Х13 в 1,3–2,5 раза.
4. Полученные результаты говорят о перспективности комбинированной ионно-лазерной обработки сталей. Найдено, что обработка ионами титана и последующее лазерное термоупрочнение увеличивают микротвердость стали 45 и У8 до 6 раз, а предварительно закаленной термически стали 40Х13 – более чем в 2 раза.

Поступила 15.01.2014 г.

UDC 621.785, 67.017, 67.02

THE STUDY OF STEEL SURFACE HARDENING AT COMBINED ION AND LASER IRRADIATION

Anatoliy M. Borisov,

Dr. Sc., MATI – Russian State Technologic University,
Russia, 109383, Moscow, Polbin street, 45. E-mail: anatoly_borisov@mail.ru

Boris L. Krit,

Dr. Sc., MATI – Russian State Technologic University, Russia, 109383, Moscow,
Polbin street, 45. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Vatslovas St. Kulikauskas,

Cand. Sc., Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Lomonosov Moscow State
University, Russia, 119991, Moscow, Leninskie gory, 1, bldg. 2.
E-mail: vaclav@anna19.sinp.msu.ru

Natalya L. Semenova,

Cand. Sc., Lomonosov Moscow State University,
Russia, 119991, Moscow, Leninskie gory, 1. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Igor V. Suminov,

Dr. Sc., MATI – Russian State Technological University,
Russia, 109383, Moscow, Polbin street, 45. E-mail: tompve-2005@yandex.ru

Sergey A. Tikhonov,

MATI – Russian State Technological University,
Russia, 109383, Moscow, Polbin street, 45. E-mail laser001@yandex.ru

The motivation of the work is caused by the need to develop and to research new methods for modifying physical and mechanical properties of steel details surface for various units and devices.

***The main aim of the study** is the investigation of the combined ion and laser beams action for physical and mechanical properties of the constructional and tool steels surfaces.*

***The methods used in the study:** Rutherford backscattering spectrometry, Vickers microhardness testing, computer simulation of ions and solid state interaction.*

***The results:** The experimental data show the perceptivities of surface properties modification by combined ion and laser beam irradiation. In particular, it has been found that the titanium ion treatment and laser hardening result in microhardness enhancement of 45 and U8 steels up to 6 times. The authors have evaluated the possibility of the proposed analytical methodology for determining the basic parameters polyenergetic ion implantation using a vacuum arc ion source. Comparing the results of modeling and spectroscopy rutherford backscattering spectrometry, it is possible to talk about the opportunity of using the model to optimize the processes of ion implantation.*

Key words:

High-dose ion implantation, laser thermal treatment, surface modification, microhardness.

REFERENCES

1. Komarov F.F. *Ionnaya implantatsiya v metally* [Ion implantation into metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1990. 216 p.
2. Bikovskiy U.A., Nevolin V.N. *Fominskiy V.U. Ionnaya i lazernaya implantatsiya metallicheskih materialov* [Ion and laser implantation of metallic materials]. Moscow. Energoatomizdat Publ., 1991. 240 p.
3. *Fizika i tekhnologiya istochnikov ionov* [Physics and technology of ion sources]. Ed. by Ya. Broun. Moscow, Mir Publ., 1998. 496 p.
4. Borisov A.M., Krit B.L., Tikhonov S.A., Suminov I.V., Kulikauskas V.S., Sukharev V.G. *Osobennosti impulsnoy polienenergeticheskoy ionnoy implantatsii* [Features of polyenergetic pulsed ion implantation]. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2000, vol. 64, no. 4, pp. 737–740.
5. Borisov A.M., Borodulina N.V., Krit B.L., Tikhonov S.A. *Osobennosti ionnoy implantatsii s ispolzovaniem vakuumno-dugovogo ionnogo istochnika* [Properties of ion implantation using a vacuum arc ion source]. *J. Applied Physics*, 2004, no. 1, pp. 89–93.
6. Didenko A.N. Sharkeev U.P., Kozlov E.V. Ryabchikov A.I. *Effekty dalnodeystviya v ionno-implantirovannykh metallicheskih materialakh* [Long-range effects in ion-implanted metallic materials]. Tomsk, Publishing NTL, 2004. 328 p.