

**ТОМСКИЙ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ**



На правах рукописи

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Валерия' (Valeria).

Болтуева Валерия Александровна

**МОДИФИКАЦИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ
ЦИРКОНИЕВОЙ И АЛЮМООКСИДНОЙ КЕРАМИКИ
ИОННЫМИ ПУЧКАМИ**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Томск – 2022

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ), г. Томск.

Научный руководитель: **Гынгазов Сергей Анатольевич**

доктор технических наук, ведущий научный сотрудник Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов ФГАОУ ВО НИ ТПУ.

Официальные оппоненты: **Клопотов Анатолий Анатольевич**

доктор физико-математических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет» (г. Томск), профессор кафедры прикладной механики и материаловедения.

Иванов Юрий Федорович

доктор физико-математических наук, доцент, ФГБУН Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (г. Томск), главный научный сотрудник лаборатории плазменной эмиссионной электроники.

Защита состоится «1» марта 2023 года в 17:00 часов на заседании диссертационного совета ДС.ТПУ.03 при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634028, г. Томск, пр. Ленина, 2а, строение 4, аудитория 245.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Томского политехнического университета и на сайте dis.tpu.ru.

Автореферат разослан «___» _____ 2023 года

Ученый секретарь
диссертационного совета ДС.ТПУ.03
доктор технических наук



Гынгазов С. А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Керамические материалы характеризуются функциональностью свойств (твердость, химическая стойкость, высокая температура плавления и т.д.), доступностью сырья, простотой технологией получения по сравнению с металлами и полимерами. В технике наиболее широко применяются керамики на основе диоксида циркония (ДЦ) и оксида алюминия (ОА). Детали и изделия из ДЦ и ОА являются востребованными на современном рынке керамической продукции. В силу высокой механической прочности и химической устойчивости они часто используются для замены узлов, обычно изготавливаемых из металлов и сплавов. В радиационном материаловедении керамика из ДЦ и ОА считаются одними из наиболее перспективных керамик для использования в качестве инертного матричного топлива, для изготовления емкостей с целью транспортировки и хранения радиоактивных материалов.

Из-за особенностей структуры, фазового строения, механических и теплопроводящих свойств обработка керамики с целью придания необходимых размеров и свойств традиционными методами, например, отжигом в печи сопротивления, механической обработкой, чрезвычайно затруднительна. Применение этих видов обработки, как правило, не эффективно. В этой связи актуальными становятся вопросы управления структурой, свойствами и проведения механической обработки с использованием нетрадиционных методов воздействия. Одним из таких методов является обработка концентрированными потоками (КП) заряженных частиц.

Актуальность диссертационной работы обусловлена перспективами использования КП ускоренных частиц (ионов) с целью поверхностной модификации и создания градиентных структур в керамике для расширения и улучшения их функциональных и эксплуатационных свойств, а также высокими потребностями радиационного материаловедения в керамических материалах с новыми уникальными свойствами в поверхностном слое, который обладает повышенной стойкостью к воздействию ионизирующего излучения. Актуальность темы также подтверждается направленностью на решение одного из важнейших вопросов физики конденсированного состояния – экспериментальное исследование воздействия различных видов излучений на природу изменений физических свойств конденсированных веществ.

Степень разработанности темы исследования. Достижения в области модификации материалов методом воздействия КП ускоренных ионов преимущественно касаются металлов и сплавов. Наиболее существенный вклад в развитие данного направления внесли отечественные ученые Д. И. Тетельбаум, Г. Г. Бондаренко, Ю. П. Шаркеев, В. В. Овчинников, Г. Е. Ремнев, А. И. Пушкарев, А. И. Рябчиков, А. В. Кабышев, С. И. Коновалов, В. Е. Громов. Среди зарубежных можно выделить П. А. Селищева, ЮАР; Ф. Джурабекову, Финляндия; В. В. Углова, Беларусь; А. Т. Акылбекова, А. И. Купчишина, Казахстан и др.

В последние годы метод воздействия КП ионов стали использовать с целью модификации керамических материалов (С. А. Гынгазов, А. В. Кабышев, В. А. Скуратов, Е. М. Окс и др.).

Это направление еще только формируется, и исследования носят несистемный характер. Для керамических материалов показана лишь возможность их модификации, без конкретизации физической природы структурной перестройки и изменения свойств. До сих пор оставались неясными вопросы выбора вида и режимов

поверхностной обработки для достижения наибольшей эффективности ионного воздействия.

Цель исследования – установление закономерностей структурных и фазовых превращений, эффектов поверхностной модификации оксидной керамики при воздействии ускоренными ионами с энергией от 30 кэВ до 167 МэВ и разработка практических рекомендаций по использованию ионной обработки с целью направленного формирования поверхностных свойств керамических изделий.

Для реализации цели необходимо выполнить следующие **задачи**:

1. Провести анализ современного состояния и перспектив использования ионной обработки для модификации керамических материалов с целью улучшения их физико-химических свойств.

2. Изучить влияние обработки низкоэнергетическими (30 кэВ) ионами аргона при плотности тока 300 мкА/см^2 и 500 мкА/см^2 и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от 10^{16} см^{-2} до 10^{18} см^{-2} на структурно-фазовое состояние и механические свойства (микротвердость, модуль упругости) керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия.

3. Исследовать изменения структуры, фазового состава и механических свойств (микротвердость, модуль упругости) керамики на основе оксида алюминия под воздействием пучков среднеэнергетических (200 кэВ) ионов углерода при плотности энергии $0,3\text{--}1,5 \text{ Дж/см}^2$.

4. Изучить влияние обработки среднеэнергетическими (300 кэВ) ионами азота при плотности энергии $3,6 \text{ Дж/см}^2$ и 5 Дж/см^2 на структурно-фазовое состояние и механические свойства (микротвердость, модуль упругости) керамики на основе диоксида циркония.

5. Установить влияние пучков высокоэнергетических (167 МэВ) ионов ксенона при плотности тока $3,95 \text{ нА/см}^2$ и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от 10^{11} см^{-2} до 10^{13} см^{-2} на структурные и фазовые превращения, изменение механических свойств (микротвердость, модуль упругости) керамики на основе диоксида циркония.

6. Выполнить сравнительный анализ полученных результатов и разработать рекомендации по практическому применению каждого вида ионной обработки для эффективной модификации керамических материалов.

Объектом исследования является керамика, полученная из нанопорошка частично стабилизированного оксидом иттрия (мол. 3 %) диоксида циркония, и керамика из оксида алюминия.

Предмет исследования – физико-химические процессы формирования микроструктуры и свойств керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия при воздействии концентрированных потоков ускоренных ионов.

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Впервые установлен эффект дальнего действия для оксидной керамики, заключающийся в том, что облучение керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия непрерывными пучками низкоэнергетических ионов аргона при энергии 30 кэВ, плотности тока 300 мкА/см^2 и 500 мкА/см^2 и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от 10^{16} см^{-2} до 10^{18} см^{-2} приводит к формированию послекаскадных упругих и ударных волн, распространяющихся вглубь материала и инициирующих на своем пути перестройку кристаллической структуры, приводящую к повышению механических характеристик (микротвердость, модуль

упругости) на глубине, значительно превышающей величину радиационного внедрения имплантируемых ионов. Эффект аналогичен установленному ранее для металлов и сплавов.

2. Впервые установлено, что облучение керамики на основе оксида алюминия интенсивными импульсными пучками среднеэнергетических ионов углерода при энергии 200 кэВ и плотности энергии 1 Дж/см^2 приводит к формированию в поверхностном слое структуры «столбчатого типа», которая характеризуется более мелким размером зерен по сравнению с зёрнами в объеме керамики. Показано, что сформированная структура «столбчатого типа» повышает микротвердость облученной поверхности до 2,5 раз. Получена керамика с градиентной структурой в поверхностном слое, в котором по мере удаления от поверхности изменяются фазовый состав и механические свойства. Конкретизированы границы параметров импульсного ионного пучка (энергия ионов 200 кэВ, плотность энергии 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$), обеспечивающие максимальную эффективность модификации керамики. На примере керамики на основе диоксида циркония показано, что повышение плотности энергии ионов азота до $3,5 \text{ Дж/см}^2$ и 5 Дж/см^2 и энергии до 300 кэВ приводит к резкому плавлению и эрозии поверхности, что приводит к снижению эффективности ионной модификации.

3. Впервые для керамики из частично стабилизированного диоксида циркония (ЧСДЦ) установлено, что облучение быстрыми тяжелыми ионами ксенона при энергии 167 МэВ и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ приводит к перестройке кристаллической кислородной подрешетки, которая сопровождается образованием метастабильной нетрансформируемой t'' -фазы в облученном слое ЧСДЦ, вследствие чего модифицированный слой обладает повышенными по сравнению с исходным состоянием механическими свойствами. Показано, что облучение быстрыми тяжелыми ионами ксенона с энергией 167 МэВ приводит к формированию поверхностного слоя с градиентной структурой, фазовым составом и механическими свойствами.

Теоретическая и практическая значимость работы. На примере керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия получены новые научные представления о физических процессах, протекающих в оксидной керамике в условиях ионного воздействия в широком энергетическом диапазоне (от 30 кэВ до 167 МэВ), влияющие на структурно-фазовую перестройку и изменение механических свойств.

Предложены режимы модификации и получения поверхностного градиентного слоя как по структуре и фазовому составу, так и по свойствам (механические) в керамике на основе диоксида циркония и оксида алюминия в широком энергетическом спектре и с разными типами ионов. Показано, что поверхностная обработка ионными пучками является эффективным методом изменения структуры и фазового составов поверхностного слоя оксидной керамики. Такая обработка приводит к формированию градиентной структуры в керамике, свойства которой значительно отличаются от свойств необработанной керамики.

Технологические режимы поверхностной обработки, предложенные в исследовании, рекомендованы для реализации мелкосерийных производств изделий из

керамики, когда требуемые технические характеристики не могут быть достигнуты при применении традиционных методов керамической технологии.

На примере керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия показано, что такие типы оксидной керамики обладают высокой стойкостью к радиационным (ионизирующим) излучениям.

Метод ионного облучения может быть использован для поверхностного упрочнения и получения градиентных структур с целью расширения областей применения керамики на основе диоксида циркония и оксида алюминия (с. 180 диссертации).

Методология и методы исследования. Основа методологии диссертационной работы заключается в выдвижении и проверке гипотезы о возможной оптимизации параметров и режимов ионной обработки, которые обеспечат условия протекания перестройки структурно-фазового состояния поверхностного слоя, приводящей к повышению эксплуатационных свойств керамических материалов.

В работе использовались следующие ионные ускорители: ИЛМ-1 (УрО РАН, г. Екатеринбург), ТЕМР-4М (г. Томск), ТЕМР-6 (г. Далянь, Китай), циклотрон ИЦ-100 ЛЯР ОИЯИ (г. Дубна).

В качестве практических и экспериментальных методов, методик применялись: микроструктурный анализ (Hitachi TM-3000, JEOL ARM-200F), рентгенофазовый анализ (ARL X'TRA); механические испытания: измерение нанотвердости и микротвердости (Nano Indenter G200, NanoTest 600, Zwick ZHV1M); измерение электропроводности (двухзондовый метод сопротивления растекания).

Для получения опытных образцов, измерения плотности, пористости и механических свойств использовались стандартные методики, рекомендованные ГОСТ.

Научные положения, выносимые на защиту

1. Рост сжимающих напряжений в поверхностном слое керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия и одновременное протекание фазовой перестройки $t \rightarrow m$ в керамике на основе диоксида циркония под действием ионной обработки непрерывными пучками ионов аргона при энергии 30 кэВ, плотности тока 300 мкА/см^2 и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от 10^{16} см^{-2} до 10^{18} см^{-2} , приводят к увеличению микротвердости на глубине, превышающей средний проективный пробег ионов.

2. Увеличение микротвердости керамик на основе диоксида циркония и оксида алюминия на глубине, превышающей средний проективный пробег ионов аргона, связано с проявлением эффекта дальнего действия.

3. Формирование в поверхностном слое микроструктуры «столбчатого типа» в керамике на основе оксида алюминия в результате процессов плавления и рекристаллизации под действием облучения интенсивными импульсными ионными пучками при энергии 200 кэВ и плотности энергии 1 Дж/см^2 , приводит к повышению микротвердости модифицированного слоя до 2,5 раз.

4. Формирование метастабильной нетрансформируемой t'' -фазы вследствие перестройки кристаллической кислородной подрешетки в поверхностном слое керамики из частично стабилизированного диоксида циркония при облучении быстрыми тяжелыми ионами ксенона при энергии 167 МэВ и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$. В результате чего модифицированный слой обладает повышенными по сравнению с исходным состоянием механическими свойствами.

Личный вклад автора. Результаты исследования, представленные в работе, получены лично автором, а также при его непосредственном участии в исследовании в сотрудничестве с научными коллективами Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Томского политехнического университета, лаборатории ядерных реакций им. Г. Н. Флерова Объединенного института ядерных исследований (г. Дубна) и Института электрофизики УрО РАН (г. Екатеринбург).

Автором совместно с научным руководителем д.т.н. Гынгазовым С. А. сформулированы цель и задачи работы. Автором лично изготовлены образцы, спланированы и проведены эксперименты, обработаны экспериментальные данные, проведен анализ полученных данных и сделаны выводы. Автор сформулировал основные положения, выносимые на защиту, и выводы диссертационной работы. Автор принимал активное участие в написании статей и грантов.

Достоверность и обоснованность полученных результатов. Степень достоверности полученных автором результатов обеспечивалась за счет использования современных методов исследований на сертифицированном оборудовании; обусловлена большим объемом экспериментальных данных и их статистической обработкой; верификацией экспериментальных данных при помощи сравнения с измерениями, полученными с применением известных общепринятых методов; корректностью постановки решаемых задач и их физической обоснованностью; сопоставлением установленных в работе закономерностей с фактами, полученными другими исследователями; апробацией на международных научных конференциях; публикацией научных статей в рецензируемых журналах, включая высокорейтинговые журналы, входящие в высокий квартиль.

Апробация работы. Основные результаты исследования были опубликованы в российских и международных научных высокорейтинговых журналах, а также доложены и обсуждены на международных научных конференциях, таких как: 21st International conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams (г. Томск, 2019); 20th International conference on Radiation Effects in Insulators (г. Нур-Султан (г. Астана), Казахстан, 2019); Международная научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Научная сессия ТУСУР» (г. Томск, 2018, 2019, 2020); Международная конференция «Радиационная физика твердого тела» (г. Севастополь, 2018, 2020, 2021); Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (г. Томск, 2019); Международная научно-техническая конференция «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения» (INTERMATIC–2018) (г. Москва, 2018) и на двух Всероссийских научных конференциях.

Работы по теме научного исследования поддержаны:

– персональной стипендией имени Ж. И. Алферова для молодых ученых в области физики и нанотехнологий (2021–2022 гг., 2020–2021 гг.);

– стипендией Правительства Российской Федерации для аспирантов и студентов государственных организаций, осуществляющих образовательную деятельность по образовательным программам среднего профессионального образования и высшего образования (2020–2021 гг.).

Работы выполнялись при финансовой поддержке:

– Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рам-

ках государственного задания «Наука»: FSWW-2020-0008 (19.0045.ГЗБ.2020) (2020–2022 гг.), (руководитель д.ф.-м.н. Л. Г. Сухих);

– Гранта Программы повышения конкурентоспособности Национального исследовательского Томского политехнического университета: ВИУ-ОКД-210/20 (2020 г.) (руководитель д.ф.-м.н. А. П. Суржиков);

– Гранта Программы повышения конкурентоспособности Национального исследовательского Томского политехнического университета: ВИУ-ПНИЛ ЭДИП-76/2019 (2019 г.), (руководитель д.т.н. С. А. Гынгазов);

– Российского научного фонда (РНФ): РНФ №17-19-01082 (2017–2019 гг.), (руководитель д.т.н. С. А. Гынгазов).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 25 работ, из которых 4 публикации в журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией, 8 публикаций в журналах, входящих в базы данных Scopus и Web of Science (из них 4, входящие в первый и второй квартиль), 15 публикаций в сборниках трудов конференций; 1 результат интеллектуальной деятельности (Know how (ноу-хау)).

Соответствие диссертации паспорту специальности. Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне соответствует пунктам 3 «Экспериментальное исследование воздействия различных видов излучений, высокотемпературной плазмы на природу изменений физических свойств конденсированных веществ», и 6 «Установление закономерностей влияния технологии получения и обработки материалов на их структуру, механические, химические и физические свойства, а также технологические свойства изделий, предназначенных для использования в различных областях промышленности и медицины» паспорта специальности 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния», технические науки.

Структура и объем работы. Диссертация представлена на 180 страницах машинописного текста и включает в себя введение, пять глав, основные выводы, заключение, список сокращений и условных обозначений, список используемой литературы, приложения. Диссертационная работа содержит 55 рисунка, 17 таблиц; список литературы, состоящий из 190 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе дана характеристика керамических материалов на основе ДЦ. Описаны технологические особенности стабилизации циркониевой керамики. В главе представлено описание физических основ взаимодействия концентрированных потоков ускоренных частиц с твердым телом, закономерностей радиационно-индуцированных процессов, которые протекают в облученных материалах.

Выполнен аналитический обзор достижений в области радиационного материаловедения и приведены предложенные механизмы, приводящие к изменению физико-химических свойств материалов. Показано, что влияние ионизирующего излучения на физико-химические свойства оксидных диэлектриков практически не изучено, а экспериментальные данные обладают весьма ограниченной информацией об эффективной модификации поверхности оксидной керамики.

Приведен краткий анализ существующих технологических приемов ионного облучения керамических материалов. На основании проведенного аналитического обзора сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе описана методология диссертационного исследования. Представлены объекты исследования и методика их получения. Дана характеристика аналитического оборудования и методов исследования физико-химических свойств, а также методов измерения механических свойств оксидной керамики.

Объектами исследования являлись керамики на основе диоксида циркония (ДЦ) и оксида алюминия (ОА).

Керамика на основе диоксида циркония. В качестве исходного материала для образцов керамики на основе ДЦ использовался порошок марки TZ-3Y-E фирмы Tosoh (Япония) из частично стабилизированного оксидом иттрия диоксида циркония (ЧСДЦ) состава ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 .

Экспериментальные образцы изготавливались по традиционной керамической технологии. С целью получения компактов из ЧСДЦ применялся метод холодного одноосного прессования. Компакты спекались в высокотемпературной муфельной печи при температуре 1400 °С в течение 1 ч. Расчет показал, что экспериментальное значение плотности образцов близко к теоретическому и составляет $5,8 \div 5,9$ г/см³. Для улучшения качества поверхности керамики проводили шлифование и полирование. Диаметр и толщина образцов составили 7,5 мм и $2,8 \div 3,2$ мм соответственно.

Керамика на основе оксида алюминия. В качестве дополнительного исследуемого объекта использовались образцы из коммерческих подложек из вакуумплотной керамики на основе ОА (α - Al_2O_3). Образцы были размером не более 1 см² и толщиной $0,5 \div 1$ мм. Подложка на основе оксида алюминия была с односторонней полировкой.

Методы и методики исследования структуры, фазового состава и механических свойств оксидной керамики.

Исследование микроструктуры керамических образцов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) (Hitachi TM-3000) и методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (JEOL ARM-200F).

Структурно-фазовое состояние исследовали с применением рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA с медным катодом (CuK_{α} -излучение, $\lambda (K_{\alpha}) = 1.5418$ Å).

Механические свойства (нанотвердость, микротвердость, модуль упругости и др.) поверхностного слоя керамик оценивали с помощью измерительной зондовой системы Nano Indenter G200 и NanoTest 600. Микротвердость оценивали по методу Виккерса на микротвердомере Zwick ZHV1M.

Электропроводность измеряли с использованием двухзондового метода сопротивления растекания.

Модификация оксидной керамики рассматривалась относительно режима ионного воздействия (непрерывный и импульсный) и параметров ионного пучка (энергия ионов, плотность тока, доза, плотность энергии).

В третьей главе описаны методика проведения ионного облучения и результаты исследования воздействия непрерывных низкоэнергетических ионных пучков на структурно-фазовое состояние и микротвердость керамик из ЧСДЦ и ОА.

Методика проведения обработки непрерывными низкоэнергетическими ионными пучками. Воздействие низкоэнергетическими ионными пучками на керамики из ЧСДЦ и ОА осуществлялось ионами аргона в непрерывном режиме.

Энергия ионов аргона составляла 30 кэВ, плотность ионного тока – 300 мкА/см² (Режим А) и 500 мкА/см² (Режим Б), дозу падающих на поверхность ионов изменяли в интервале от $9,4 \cdot 10^{15}$ см⁻² до 10^{18} см⁻².

Средний проективный пробег ионов аргона в ЧСДЦ и керамике из ОА согласно расчетам (TRIM) составил 20,5 нм и 18,8 нм соответственно. Более 55 % от общей кинетической энергии иона аргона при торможении в ЧСДЦ и керамике из ОА расходуется на фононы и менее 40 % на ионизацию.

Исследование воздействия низкоэнергетической ионной обработки на керамику из ЧСДЦ. Показано (рисунок 1 а), что на поверхности спеченных образцов видна зеренная структура. После механической обработки (рисунок 1 б) поверхность ЧСДЦ становится «зеркальной» и зеренная структура не наблюдается.

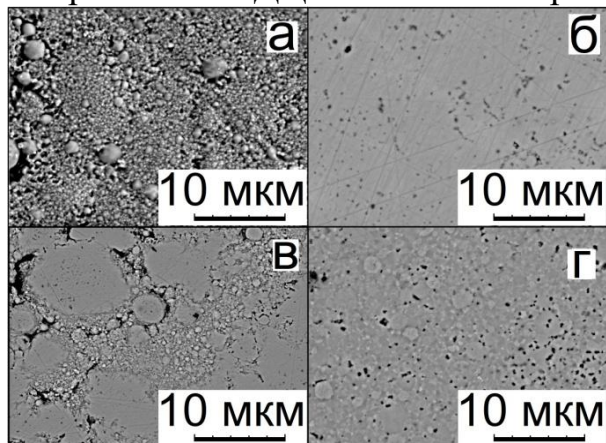


Рисунок 1 – Поверхность (вид сверху) ЧСДЦ до (а, б) и после (в, г) облучения: а – после спекания; б – после механической обработки; в – $d = 10^{16}$ см⁻²; г – $d = 10^{18}$ см⁻²

Визуализация зеренной структуры происходит вследствие различной скорости ионного травления объема зерен и межзеренных границ.

В исходном состоянии образцы ЧСДЦ содержат фазу t-ZrO₂ (рисунок 2, кривая 1). Ионное воздействие в Режиме А при дозе до $5 \cdot 10^{17}$ см⁻² приводит к мартенситному превращению t-ZrO₂ → m-ZrO₂ (рисунок 2, кривая 2). Содержание фазы m-ZrO₂ не превышает 12 %. Повышение как дозы ($>10^{17}$ см⁻²), так и плотности

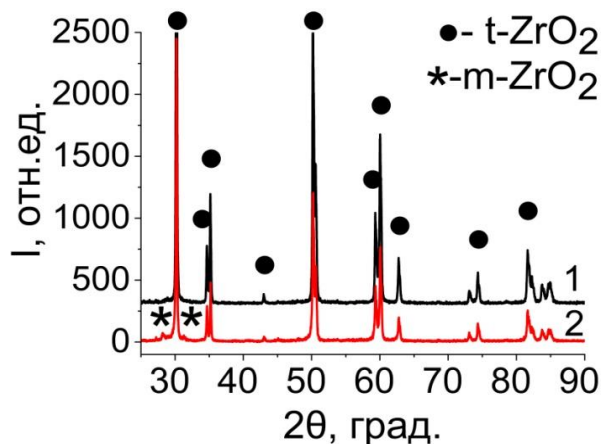


Рисунок 2 – Рентгенограммы ЧСДЦ: 1 – исходный образец; 2 – Режим А, $d = 2,4 \cdot 10^{16}$ см⁻²

тока (>300 мкА/см²) ионного пучка не приводит к увеличению количества моноклинной фазы. Обработка в Режиме Б при дозе $2,2 \cdot 10^{16}$ см⁻² и $1,2 \cdot 10^{17}$ см⁻² вызывает появление фазы m-ZrO₂ не более 5–6 %. После облучения как в Режиме А, так и в Режиме Б при дозе 10^{18} см⁻² моноклинной фазы в ЧСДЦ не наблюдается.

Изменение количества моноклинной фазы в облученном слое ЧСДЦ, связано, во-первых, с параметрами ионного пучка, а именно, плавное повышение дозы от $9 \cdot 10^{16}$ см⁻² до 10^{18} см⁻², постепенно увеличивает распыление облучаемой поверхности, а повышение плотности тока с 300 мкА/см² до 500 мкА/см² только усиливает распыление поверхностного слоя, в

увеличивает распыление облучаемой поверхности, а повышение плотности тока с 300 мкА/см² до 500 мкА/см² только усиливает распыление поверхностного слоя, в

котором происходит фазовая перестройка. Данный вывод согласуется с проведенным анализом полученных изображений методом СЭМ (рисунок 1 в, г). Во-вторых, фазовый анализ проводился с глубины около 15 мкм, следовательно, вклад в регистрируемый сигнал дифрактограмм преимущественно вносился с более глубокого слоя керамики, в котором не происходило фазовой перестройки.

Наблюдаются изменения микроискажений кристаллической решетки и области когерентного рассеяния, и уширение дифракционных пиков после ионной обработки. Перечисленные изменения происходят на глубине не менее 15 мкм. Описанные изменения связаны не только с фазовой перестройкой, но и с протекающими радиационно - динамическими (образование дефектов, послекаскадные ударные волны) воздействиями ионных пучков на керамику. Воздействие ионизирующего излучения приводит к генерации сжимающих напряжений в облученном слое.

Ионное облучение с энергией 30 кэВ при плотности тока 300 мкА/см^2 и 500 мкА/см^2 и дозах падающих на поверхность ионов в интервале от $9,4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ до 10^{18} см^{-2} приводит к изменению микротвердости (рисунок 3 а, б) и эффективного модуля упругости поверхностного слоя ЧСДЦ.

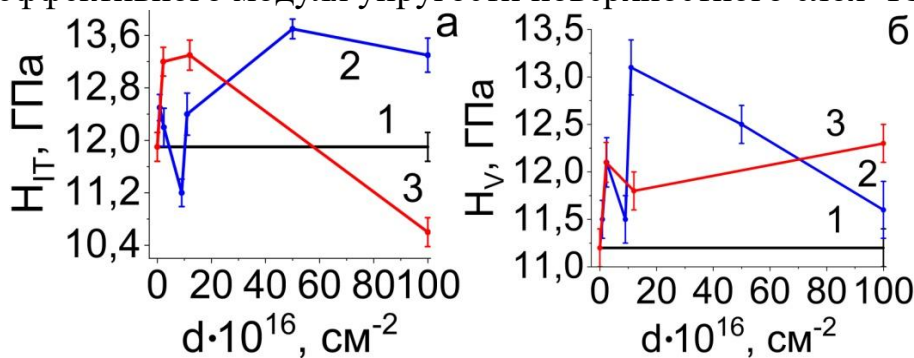


Рисунок 3 – Микротвердость ЧСДЦ до (кривые 1) и после ионного облучения (кривая 2 – $j = 300 \text{ мкА/см}^2$; кривая 3 – $j = 500 \text{ мкА/см}^2$). Нагрузка на индентор составляла: а – 0,5 Н, б – 3 Н

Изменение H_T и H_V для Режимов А и Б с увеличением дозы объясняется ростом сжимающих напряжений и протеканием фазовых $t \rightarrow m$ трансформаций (рисунок 2, кривая 2) под действием ионной обработки. Для кривых 2 и 3 на рисунке 3 (а и б) максимум достигается в результате роста сжимающих напряжений на фоне малой интенсивности фазовых трансформаций.

Резкое уменьшение H_T и H_V после ионного воздействия в Режиме А с дозой $9 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (рисунок 3 а и б, кривые 2) вероятно происходит из-за релаксационных процессов, которые протекают в системе дефектов, и, как следствие, уменьшения остаточных сжимающих напряжений.

Уменьшение H_T и H_V (рисунок 3, кривые 2 и 3) после достижения максимума, вероятно, происходит в результате распыления модифицированного тонкого слоя керамики под действием ионной обработки при больших значениях как дозы, так и плотности тока. Это подтверждается результатами СЭМ (рисунок 1 в, г) и РФА.

С ростом как дозы ($>10^{17} \text{ см}^{-2}$), так и плотности тока ($>300 \text{ мкА/см}^2$) наблюдается увеличение H_V (рисунок 3 б, кривая 3), которое на конечном участке кривой 3 (рисунок 3 б) превышает значение H_V в точке максимума при низкой дозе. Это увеличение можно объяснить эффектом дальнего действия, который характерен для металлов и сплавов.

На рисунке 4 представлен график изменения микротвердости поверхностного слоя ЧСДЦ по глубине керамики. Численные значения H_V облученных образцов (рисунок 4, кривые 2, 3, 4) становятся равными со значением H_V до ионного воздействия (кривая 1) на глубине порядка 20 мкм.

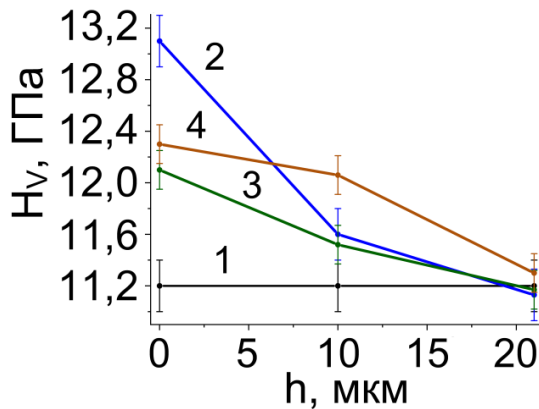


Рисунок 4 – Изменение микротвердости керамики по глубине: 1 – в исходном состоянии; 2 – Режим А ($d = 1,1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$); 3, 4 – Режим Б ($d = 2,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и 10^{18} см^{-2}) которых происходит с ростом дозы облучения внедряемых ионов. Вследствие этого ионное воздействие резко повышает подвижность атомов (как промежуточных, так и замещающих), способствуя перестройке кристаллической структуры в метастабильном материале, таким образом, приводя к изменению механических свойств твердого тела.

Выдвинутое предположение о механизме упрочнения керамики согласуется с результатами моделирования в программе TRIM. Энергия имплантированных ионов преимущественно расходуется на образование фононов. Следовательно, фононы способны генерировать ударные волны, которые распространяются вглубь керамики, инициируя перестройку кристаллической структуры.

Характер изменения E_{IT} после облучения при $j = 300 \text{ мкА/см}^2$ аналогичен H_{IT} (рисунок 3 а, кривая 2), в то время как после ионного воздействия с $j = 500 \text{ мкА/см}^2$ E_{IT} изменяется аналогично H_v (рисунок 3 б, кривая 3).

На основании полученных измерений H_{IT} и E_{IT} произведена количественная оценка стойкости образцов ЧСДЦ к ионному воздействию с использованием отношений H_{IT}/E_{IT} (показатель сопротивления к износу) и H_{IT}^3/E_{IT}^2 (параметр сопротивления пластической деформации).

Исследование воздействия низкоэнергетической ионной обработки на керамику из оксида алюминия. В исходном состоянии поверхность керамических образцов из оксида алюминия была полированной (рисунок 5 а).

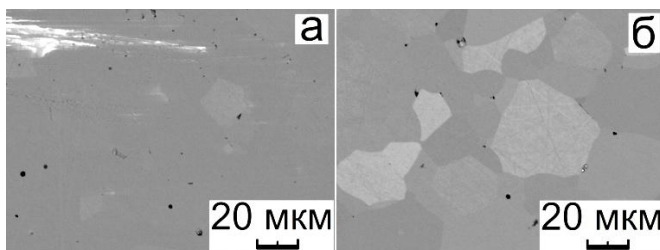


Рисунок 5 – Поверхность (вид сверху) керамики из ОА до (а) и после (б) ионной обработки: б – $d = 10^{17} \text{ см}^{-2}$

Воздействие ионным пучком при энергии 30 кэВ, плотности тока 300 мкА/см^2 и дозах падающих на поверхность ионов аргона 10^{16} см^{-2} и 10^{17} см^{-2} не приводит к структурным изменениям поверхности керамики из ОА (рисунок 5 б). Обработка при дозе 10^{16} см^{-2} не изменяет внешний вид поверхности образцов относительно исходного состояния. Увеличение дозы обработки до 10^{17} см^{-2} приводит к визуализации зеренной структуры керамики (рисунок 5 б).

Керамические образцы из оксида алюминия в исходном состоянии состоят из фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (рисунок 6, кривая 1). Облучение при дозах падающих на поверхность ионов 10^{16} см^{-2} и 10^{17} см^{-2} и плотности тока 300 мкА/см^2 не вызывает фазо-

Согласно расчетам средний пробег ионов в ЧСДЦ составляет 20,5 нм. Поэтому в качестве объяснения механизма упрочнения керамики на глубине, которая превышает глубину проективного пробега ионов аргона, предлагается ударно-волновой механизм (УВМ). Смысл УВМ заключается в распространении послекаскадных упругих и ударных волн вглубь материала. В результате УВМ приводит к увеличению области генерации дефектов, возникновению динамических и статических напряжений до десятков и более микрометров, увеличение

вую перестройку в керамике (рисунок 6, кривая 2 и 3). Вероятно, это связано, во-первых, с процессом распыления облученного поверхностного слоя керамики (рисунок 5 б), во-вторых, регистрация дифрактограмм происходит с более глубокого слоя (около 30 мкм), на который, вероятно, ионное облучение оказывает минимальное воздействие.

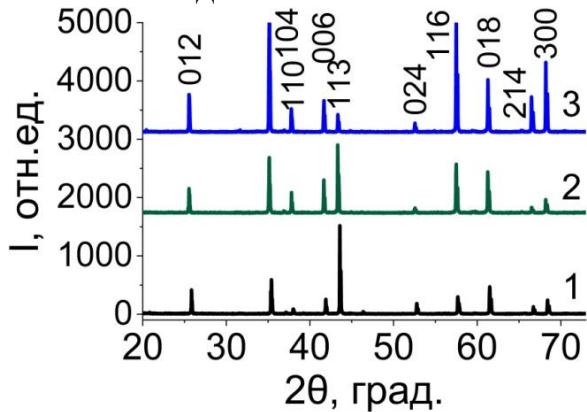


Рисунок 6 – Рентгенограммы керамики из ОА в исходном состоянии (кривая 1) и после ионного воздействия (кривые 2, 3)

приводит к повышению микротвердости и модуля упругости поверхностного слоя керамики из оксида алюминия на 55 % и в 2 раза соответственно. С увеличением дозы до 10^{17} см^{-2} наблюдается понижение микротвердости и модуля упругости (рисунок 7, кривые 2 и 3).

Согласно расчетам средний пробег ионов в керамике из ОА составляет 18,8 нм. Облучение приводит к изменению микротвердости и модуля упругости образцов на глубине, которая превышает средний пробег ионов аргона в керамике из оксида алюминия. В качестве объяснения механизма упрочнения керамики предлагается ударно-волновой механизм.

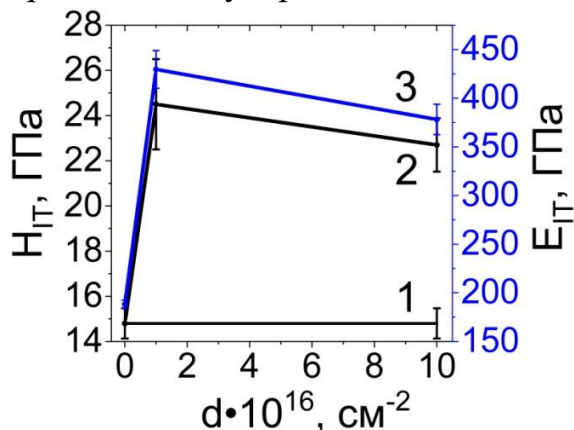


Рисунок 7 – Микротвердость и эффективный модуль упругости керамики до (кривая 1) и после (кривые 2, 3) ионной обработки соответственно, (нагрузка на индентор составляла 0,25 Н)

распыления над ионной имплантацией в конечном итоге может привести к уменьшению эффективности модификации поверхности керамики.

На основании полученных измерений H_{IT} и E_{IT} произведена количественная оценка показателя сопротивления к износу и параметра сопротивления пластической деформации до и после ионного облучения.

В конце главы представлены выводы по результатам исследования.

Несмотря на то, что фазовой перестройки не происходит, ионная обработка приводит в поверхностном слое керамики на глубине около 30 мкм к изменению интенсивностей рефлексов от систем плоскостей, микроискажений кристаллической решетки и области когерентного рассеяния. К описанным выше изменениям приводят послекаскадные ударные волны и сжимающие напряжения, сгенерированные фононами под действием ионного облучения.

Ионное воздействие с дозой 10^{16} см^{-2}

Как и в случае с ЧСДЦ, в керамике из ОА энергия имплантированных ионов преимущественно расходуется на образование фононов. Следовательно, фононы генерируют послекаскадные ударные волны, которые распространяются вглубь керамики, приводя к увеличению области генерации дефектов и сжимающих напряжений. Понижение H_{IT} и E_{IT} объясняется одновременным протеканием двух физических процессов, которые возникают в результате радиационного воздействия: радиационно - динамические эффекты (образование дефектов) и распыление тонкого поверхностного модифицированного слоя (рисунок 5 б). Превалирование процесса

В четвертой главе представлены методика проведения ионного облучения и результаты исследования воздействия интенсивных импульсных среднеэнергетических ионных пучков на структурно-фазовое состояние и твердость керамик из оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония.

Методика проведения обработки импульсными среднеэнергетическими ионными пучками. Воздействие среднеэнергетическими интенсивными ионными импульсными пучками (ИИИП) на керамику ОА осуществлялось ионами углерода с параметрами: энергия ионов – 200 кэВ, плотность ионного тока (j) 15 А/см², 50 А/см² и 85 А/см², плотность энергии в импульсе (W_1) 0,3 Дж/см², 1 Дж/см² и 1,5 Дж/см², доза падающих на поверхность ионов $7,5 \cdot 10^{12}$ см⁻², $2,5 \cdot 10^{13}$ см⁻² и $4,25 \cdot 10^{13}$ см⁻² соответственно. Число импульсов (N) варьировалось от 3 до 300.

Влияние среднеэнергетических интенсивных импульсных ионных пучков на керамику из ЧСДЦ осуществлялось ионами азота с рабочими параметрами: энергия ионов – 300 кэВ, плотность ионного тока – 150–200 А/см², плотность энергии в импульсе W_1 ($(3,5$ и $5) \pm 5 \%$) Дж/см². Количество импульсов N – 1 и 2.

Средний проективный пробег ионов углерода в керамике из ОА и ионов азота в ЧСДЦ согласно расчетам (TRIM) составил 303 нм и 418 нм соответственно. Более 80 % от общей кинетической энергии ионов углерода и азота при торможении в керамике из ОА и ЧСДЦ расходуется на ионизацию.

Исследование воздействия импульсных ионных пучков на керамику из ОА. Степень модификации поверхностного слоя керамики из оксида алюминия зависит от рабочих параметров ионного пучка.

Морфологических изменений по глубине облученных образцов при $j = 15$ А/см² и $W_1 = 0,3$ Дж/см² ($N = 20, 100, 300$) (рисунок 8 а) не происходит.

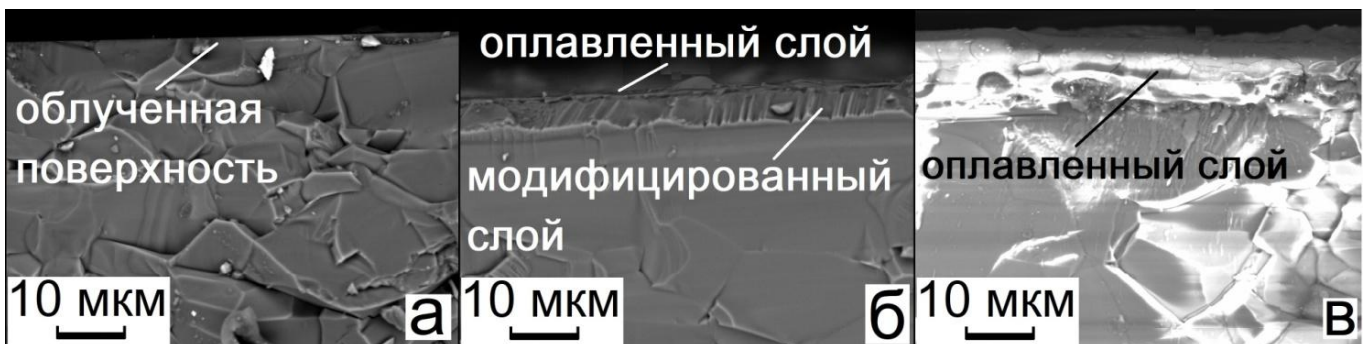


Рисунок 8 – Поперечный излом облученных образцов керамики из оксида алюминия:
 а – $j = 15$ А/см², $W_1 = 0,3$ Дж/см², $N = 100$; б – $j = 50$ А/см², $W_1 = 1$ Дж/см², $N = 100$;
 в – $j = 85$ А/см², $W_1 = 1,5$ Дж/см², $N = 30$

Обработка ИИИП при $j = 50$ А/см² и $W_1 = 1$ Дж/см² ($N = 10, 30, 100$) приводит к образованию тонкого оплавленного слоя толщиной не более 1 мкм и формированию микроструктуры «столбчатого типа» толщиной порядка 6–8 мкм (рисунок 8 б). Замечено, что микроструктура, образованная во время процесса рекристаллизации, характеризуется более мелким размером зерен по сравнению с зернами в объеме керамики и ориентирована по направлению действия ионного пучка. Образование структуры «столбчатого типа» обусловлено термоактивированными процессами диффузии.

Увеличение рабочих параметров ионного пучка до $j = 85$ А/см² и $W_1 = 1,5$ Дж/см² ($N = 3, 10, 30$) приводит к оплавлению поверхностного слоя толщиной порядка 9–11 мкм (рисунок 8 в), который содержит трещины по всей

глубине рекристаллизованного слоя. Отмечено, что с увеличением как j , так и W_1 формирование микроstructures «столбчатого типа» не происходит.

В исходном состоянии и после воздействия ИИИП керамика из ОА содержит фазу $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (рисунок 9). Воздействие ИИИП при различных рабочих параметрах пучка приводит к изменению интенсивностей рефлексов от систем плоскостей (рисунок 9, кривые 2-4), микроискажений кристаллической решетки и области когерентного рассеяния в поверхностном слое керамики на глубине около 30 мкм.

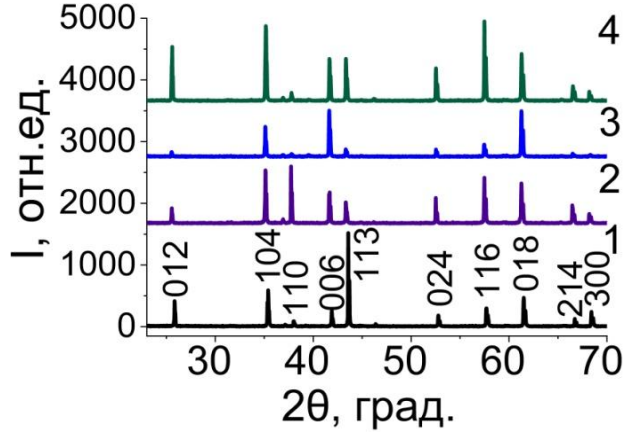


Рисунок 9 – Рентгенограммы керамики из ОА до (кривая 1) и после (кривые 2 - 4) облучения: кривая 2 – $j = 15 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 0,3 \text{ Дж/см}^2$, $N = 300$; кривая 3 – $j = 50 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$, $N = 100$; кривая 4 – $j = 85 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 1,5 \text{ Дж/см}^2$, $N = 30$

Сверхбыстрый процесс расплава и повторного затвердевания, ударная волна и остаточное напряжение во время или после облучения ИИИП вызывают рекристаллизацию и вращение поликристаллических зерен в приповерхностном слое керамики, что приводит к описанным выше изменениям.

Облучение ИИИП с энергией 200 кэВ при плотности тока 15 A/cm^2 , 50 A/cm^2 и 85 A/cm^2 и плотности энергии $0,3 \text{ Дж/см}^2$, 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ соответственно, приводит к изменению нанотвердости H_{IT} (рисунок 10), микротвердости H_V (рисунок 11) и эффективного модуля упругости поверхностного слоя керамики из ОА.

Нанотвердость поверхностного слоя керамики возрастает на 22 % после облучения при $j = 15 \text{ A/cm}^2$ и $W_1 = 0,3 \text{ Дж/см}^2$ (рисунок 10, кривые 2). Облучение ИИИП при данных параметрах пучка не оказывает теплового эффекта на керамику (рисунок 8 а). Рост H_{IT} связан с физическими явлениями, которые возникают во время взаимодействия ускоренных ионов с твердым телом (образование дефектов, возникновение сжимающих напряжений, радиационно - стимулированная диффузия).

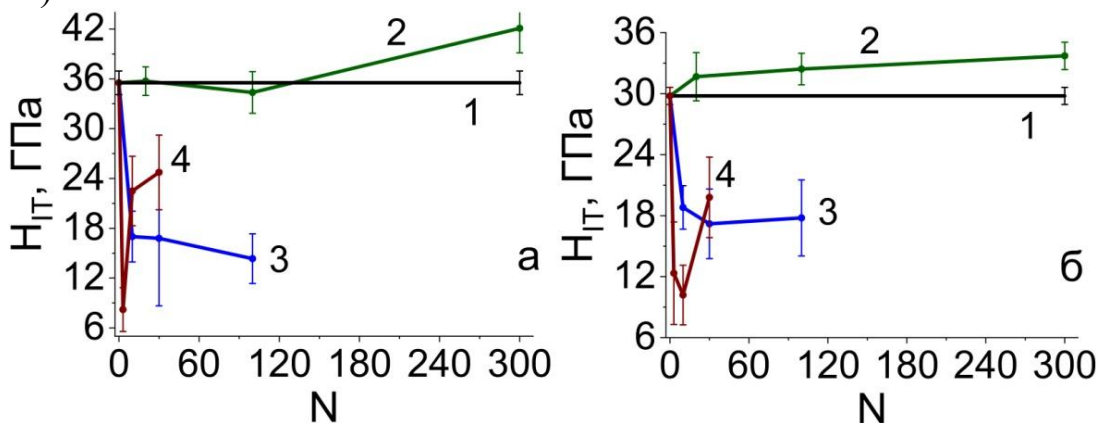


Рисунок 10 – Нанотвердость керамики до (кривые 1) и после облучения: кривые 2 – $j = 15 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 0,3 \text{ Дж/см}^2$; кривые 3 – $j = 50 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$; кривые 4 – $j = 85 \text{ A/cm}^2$, $W_1 = 1,5 \text{ Дж/см}^2$. Максимально приложенная нагрузка на индентор: а – $P_{\text{max}} = 5 \text{ мН}$ и б – $P_{\text{max}} = 100 \text{ мН}$

Уменьшение H_{IT} с ростом плотности тока до 50 A/cm^2 и 85 A/cm^2 и плотности энергии до 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ (рисунок 10, кривые 3 и 4) связано с возникновением градиента температур на поверхности керамики при воздействии ИИИП, в результате происходит плавление с последующей быстрой

рекристаллизацией. Итогом протекания данных физических процессов является сформированный приповерхностный слой, содержащий в себе различные структурные дефекты, в частности микротрещины, которые уменьшают твердость керамики (рисунок 8 б, в). С увеличением числа импульсов от 30 до 100 наблюдается частичное «залечивание» трещин за счет повторяющихся последовательных процессов плавления и рекристаллизации, что приводит к возрастанию твердости облученной керамики (рисунок 10, кривые 3 и 4).

Независимо от рабочих параметров ионного пучка облучение ИИИП приводит к повышению микротвердости поверхностного слоя керамики относительно исходного значения H_V (рисунок 11).

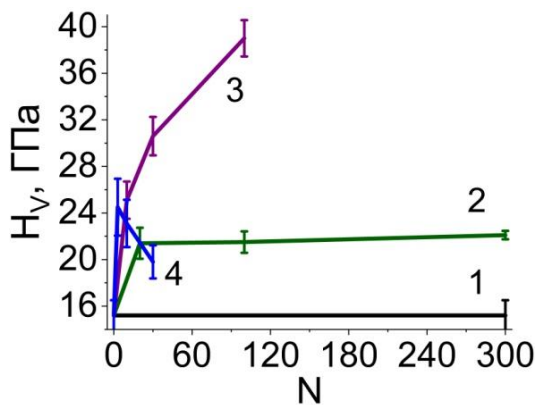


Рисунок 11 – Микротвердость керамики до (кривая 1) и после воздействия ИИИП: кривая 2 – $j = 15 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 0,3 \text{ Дж/см}^2$; кривая 3 – $j = 50 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$; кривая 4 – $j = 85 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 1,5 \text{ Дж/см}^2$. Нагрузка на индентор составляла 3 Н

энергии до 85 А/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ соответственно ($N = 3$) приводит к росту микротвердости приблизительно на 60 % (рисунок 11, кривая 4). С увеличением количества импульсов $N > 3$ H_V уменьшается, но превышает исходное значение H_V (рисунок 11, кривая 4). Резкое уменьшение H_V , вероятно, связано с тепловым воздействием ИИИП на поверхность керамики, в результате чего образуется сплошной слой после рекристаллизации, который содержит по всей глубине микротрещины (рисунок 8 в).

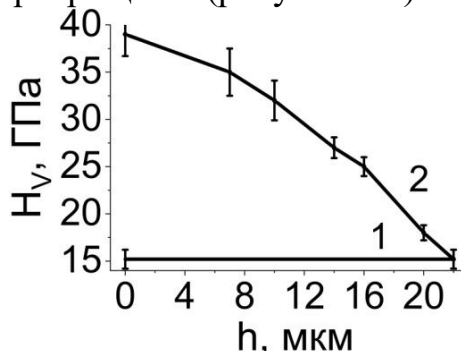


Рисунок 12 – Изменение микротвердости облученной керамики по глубине:

1 – в исходном состоянии;
2 – $j = 50 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$ ($N = 100$)

характер воздействия на поверхность керамики, но и ударно-волновой. Это проявляется в упрочнении материала на глубине, превышающей как глубину проективного пробега ионов, так и рекристаллизованного поверхностного слоя.

Воздействие ИИИП с $j = 15 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 0,3 \text{ Дж/см}^2$ ($N = 20$) приводит к росту микротвердости приблизительно на 40 %, с увеличением количества импульсов $N > 20$ H_V практически не изменяется и выходит на насыщение (рисунок 11, кривая 2).

Наибольший рост микротвердости (в 2,5 раз) наблюдается после облучения с $j = 50 \text{ А/см}^2$ и $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$ ($N = 100$) (рисунок 11, кривая 3). Микротвердость повышается за счет уменьшения размера зерен в поверхностном слое керамики в результате чередующихся процессов оплавления и рекристаллизации (рисунок 8 б).

Повышение плотности тока и плотности

Проведено измерение микротвердости по глубине керамики (рисунок 12). Для данной цели использовались образцы с наибольшим увеличением H_V (рисунок 11, кривая 3).

Облучение ИИИП при $j = 50 \text{ А/см}^2$ и $W_1 = 1 \text{ Дж/см}^2$ ($N = 100$) приводит к изменению морфологии поверхностного слоя керамики на глубине 6÷8 мкм (рисунок 8 б), а изменение H_V керамики фиксируется на глубине не менее 20 мкм (рисунок 12). Поэтому можно утверждать, что обработка ИИИП носит не только тепловой

характер воздействия на поверхность керамики, но и ударно-волновой. Это проявляется в упрочнении материала на глубине, превышающей как глубину проективного пробега ионов, так и рекристаллизованного поверхностного слоя.

Воздействие интенсивных импульсных ионных пучков при плотности тока 50 А/см^2 и 85 А/см^2 , плотности энергии 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ приводит к формированию поверхностного градиентного слоя с изменяющимися по мере удаления от поверхности структурой (рисунок 8 б, в) и механическими (микротвердость) свойствами (рисунок 10 - 12).

Установлено, что путем подбора параметров ионного пучка можно достигнуть заметного роста микротвердости поверхностного слоя керамики из ОА.

Исследование воздействия интенсивных импульсных ионных пучков на керамику из ЧСДЦ. Облучение ИИИП при плотности тока $150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и плотности энергии $(3,5 \text{ и } 5) \pm 5 \% \text{ Дж/см}^2$ приводит к изменению морфологии поверхности керамики (рисунок 13).

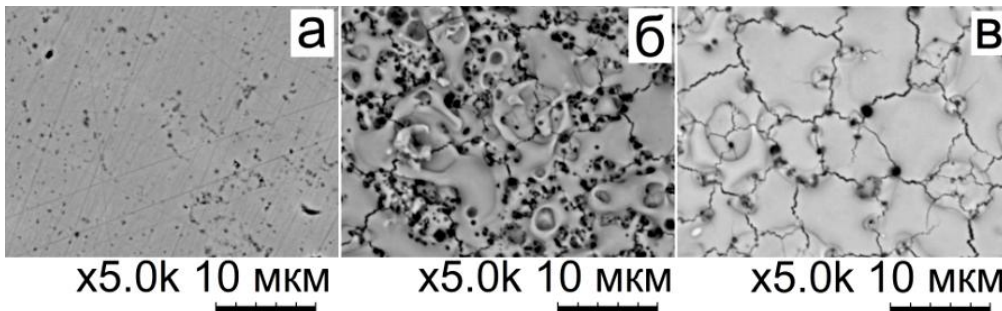


Рисунок 13 – Поверхность керамики из ЧСДЦ (вид сверху) до (а) и после облучения ИИИП: б – $j = 150\text{--}200 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 5 \text{ Дж/см}^2$, $N = 1$; в – $j = 150\text{--}200 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 5 \text{ Дж/см}^2$, $N = 2$

Сравнительный анализ результатов СЭМ (рисунок 13) показал, что облучение при $j = 150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и $W_1 = (3,5 \text{ и } 5) \pm 5 \% \text{ Дж/см}^2$ приводит к возникновению градиента температур, который сопровождается сверхбыстрым плавлением с последующей рекристаллизацией поверхности. В результате наблюдается образование дефектов в виде кратеров и трещин (рисунок 13 б). Воздействие вторым импульсом приводит к повторному нагреву и охлаждению поверхности материала. В результате повторного переплава и затвердевания происходит частичное «залечивание» крупных микротрещин и уменьшение числа кратеров (рисунок 13 в).

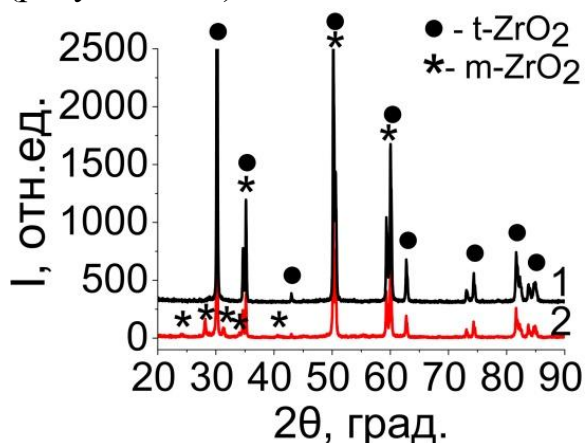


Рисунок 14 – Рентгенограммы керамики из ЧСДЦ: 1 – исходное состояние; 2 – $j = 150\text{--}200 \text{ А/см}^2$, $W_1 = 5 \text{ Дж/см}^2$, $N = 2$

В исходном состоянии керамические образцы содержат фазу $t\text{-ZrO}_2$ (рисунок 14, кривая 1). Воздействие ИИИП при $j = 150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и $W_1 = (3,5 \text{ и } 5) \pm 5 \% \text{ Дж/см}^2$ ($N = 2$) приводит к формированию моноклинной фазы не более 18 %.

Сверхбыстрый процесс плавления, затвердевания, ударная волна и остаточное напряжение во время или после облучения ИИИП вызывают изменение микроискажений кристаллической решетки и области когерентного рассеяния.

Воздействие ИИИП приводит к появлению электрической проводимости в поверхностном слое керамики, а, следовательно, и к уменьшению энергии активации (с $9,3 \text{ эВ}$ до $1,36 \text{ эВ}$) (рисунок 15). Температурные зависимости электропроводности измерялись от комнатной температуры до 573 К .

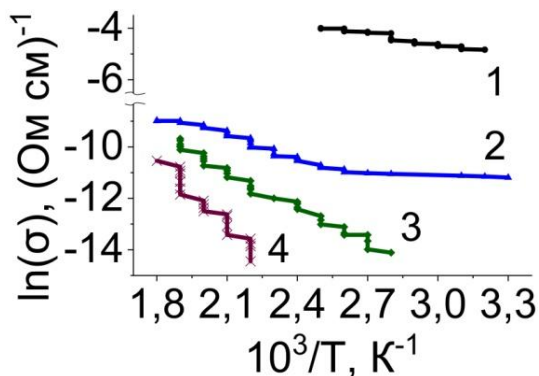


Рисунок 15 – Температурные зависимости электропроводности керамики из ЧСДЦ после обработки ИИИП с $W_1 = 5 \text{ Дж/см}^2$: кривая 1 – первое измерение; кривая 2 – второе измерение; кривые 3, 4 – измерение после снятия модифицированного слоя

проведенных измерений требуются более высокие температуры нагрева (от 400 К до 550 К) для протекания тока (рисунок 15, кривые 3 и 4). Таким образом, показано, что температурный нагрев инициирует переход модифицированной керамики из проводящего состояния в состояние с пониженной проводимостью (рисунок 15). Это говорит о том, что под действием термического нагрева модифицированные слои керамики восстанавливают стехиометрический состав по кислороду, в результате чего наблюдается снижение электропроводности и увеличение энергии активации.

В конце главы представлены выводы по результатам исследований.

В пятой главе представлены методика проведения ионного облучения и результаты исследования воздействия непрерывных высокоэнергетических ионных пучков (быстрых тяжелых ионов (БТИ)) на структурно-фазовое состояние и твердость керамики из частично стабилизированного диоксида циркония.

Методика проведения обработки непрерывными высокоэнергетическими ионными пучками. Облучение керамики из ЧСДЦ высокоэнергетическими ионами ксенона в непрерывном режиме проводилось на циклотроне ИЦ-100. Энергия ионов ксенона составляла 167 МэВ, плотность тока пучка – $3,95 \text{ нА/см}^2$, дозу падающих на поверхность ионов изменяли в интервале от $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$.

При энергии 167 МэВ пробег ионов ксенона в ЧСДЦ составляет порядка 10,2 мкм. Более 90 % кинетической энергии иона ксенона тратится на ионизацию.

Исследование воздействия непрерывных высокоэнергетических ионных пучков на керамику из ЧСДЦ. В исходном состоянии (рисунок 16 а) керамические образцы из ЧСДЦ содержат тетрагональную фазу. Облучение БТИ при дозах от $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ оказывает влияние на положение пиков (рисунок 16 б). Если до облучения (рисунок 16 а) пики (110), (112), (200), (211) и (220) регистрировались в положении 35° , 50° , 51° , 60° и 74° соответственно, то с ростом дозы (рисунок 16 б) происходит сдвиг положения данных пиков на 1° в сторону уменьшения. Это говорит о том, что облучение БТИ вызывает перестройку кристаллической структуры керамики. Также замечено (рисунок 16 а и б), что интенсивность и положение дифракционных пиков от плоскостей (101) и (102) после облучения остаются неизменными.

Первое измерение (рисунок 15, кривая 1) проводилось при низких температурах – от 296 К до 405 К. При повторном измерении проводимость заметно снижается (рисунок 15, кривая 2), что свидетельствует о протекании интенсивных окислительных процессов во время температурных измерений проводимости. Отмечено, что окислительные процессы распространяются на всю глубину модифицированного слоя. Об этом говорит характер изменения проводимости кривых 3 и 4 на рисунке 15, полученных после каждого снятия приповерхностного слоя толщиной не менее 10 мкм. Однако для измерения сопротивления между металлическим зондом и облученной поверхностью после нескольких

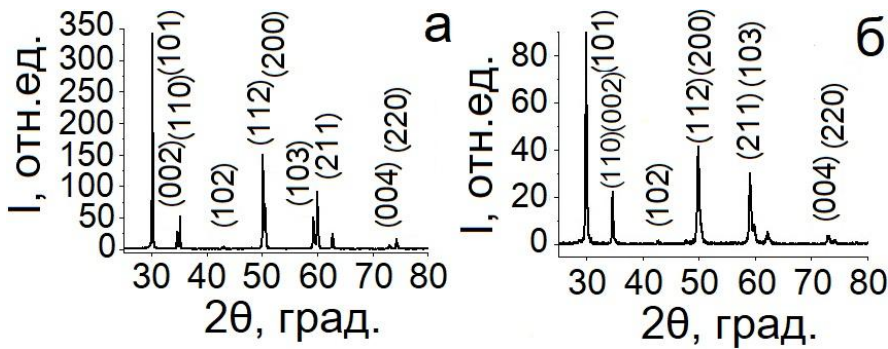


Рисунок 16 – Рентгенограммы образцов ЧСДЦ, облученных ксеноном: а – исходное состояние, б - $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$

На начальном этапе роста дозы облучения ($< 1 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$) наблюдается увеличение параметров кристаллической решетки t-фазы (рисунок 17), что свидетельствует о том, что в облученных образцах действуют сжимающие напряжения. При этом с ростом дозы в облученном слое формируется двухфазное состояние: помимо исходной тетрагональной фазы t наблюдается образование метастабильной фазы t'', которая также относится к тетрагональной сингонии, но с существенно отличающимися от исходной структуры параметрами (рисунок 17).

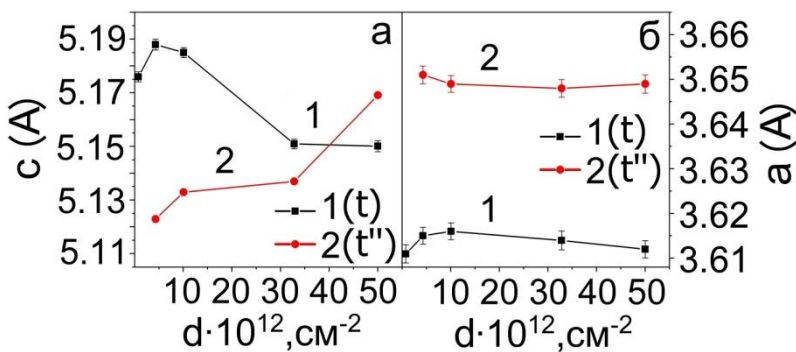


Рисунок 17 – Параметры кристаллических решеток с (а) и а (б) t и t'' фаз в зависимости от дозы облучения

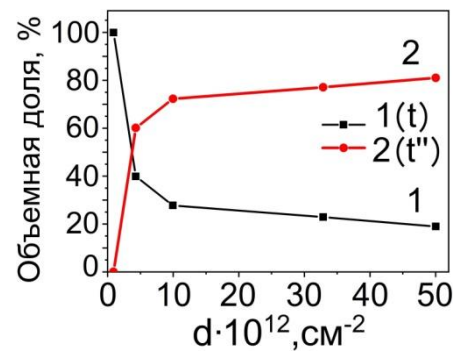


Рисунок 18 – Доля фаз t и t'' в ЧСДЦ в зависимости от дозы облучения

Доля фазы t'' непрерывно растет по мере увеличения дозы облучения (рисунок 18) и практически достигает насыщения при флюенсе $\sim 1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$.

На основе полученных результатов сделан вывод, что под действием ионного облучения происходит фазовое превращение $t\text{-ZrO}_2 \rightarrow t''\text{-ZrO}_2$. Такая фазовая трансформация происходит за счет специфической перестройки кислородной подрешетки (при которой одна часть атомов кислорода смещается относительно

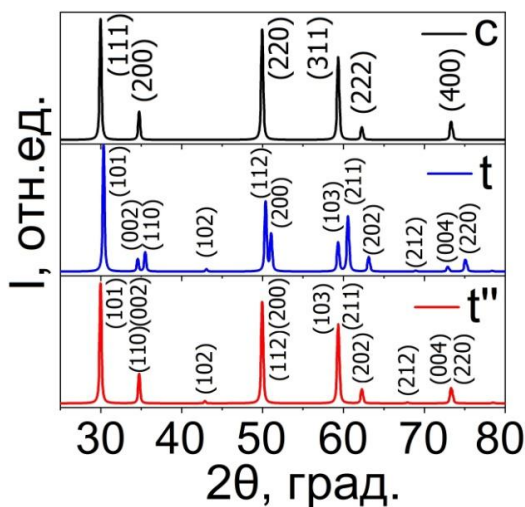


Рисунок 19 – Рассчитанные рентгенограммы кубической (с) и тетрагональных (t и t'') фаз происходит формирование фазы именно с тетрагональной, а не с кубической сингонией был сделан на основании сравнения результатов РФА с рассчитанными рентгенограммами (рисунок 19).

другой) и удлинения элементарной ячейки в направлении смещения атомов кислорода. При этом средняя измеренная степень тетрагональности ($c/a_t \cdot \sqrt{2}$) фазы t'' составляет $0,9961 \pm 0,0017$, а для фазы t – $1,0117 \pm 0,0017$.

Следует отметить, что структуры кубической с и тетрагональной t'' фаз похожи. Обе фазы (с и t'') имеют степень тетрагональности $(c/a_t \cdot \sqrt{2}) = 1$. При этом основное отличие фазы t'' состоит в том, что атомы кислорода немного смещены относительно своих позиций в кубической структуре. Вывод о том, что в структуре

На рисунке 19 приведены теоретические рентгенограммы, рассчитанные для тетрагональных (t и t'') и кубической (c) фаз. Как можно видеть, рентгенограммы c и t'' фаз очень похожи: положения наиболее интенсивных рефлексов совпадают. Но, тем не менее, на рентгенограммах, соответствующих t и t'' , можно отметить присутствие пика от плоскости (102), который в силу действия закона погасания не наблюдается на дифракционных картинах от кубической решетки.

Результаты ПЭМ показали, что в случае облучения при дозе $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ (рисунок 20) ионные треки в ЧСДЦ однородно распределены в области снимка, и близость границ зерен не влияет на это распределение.

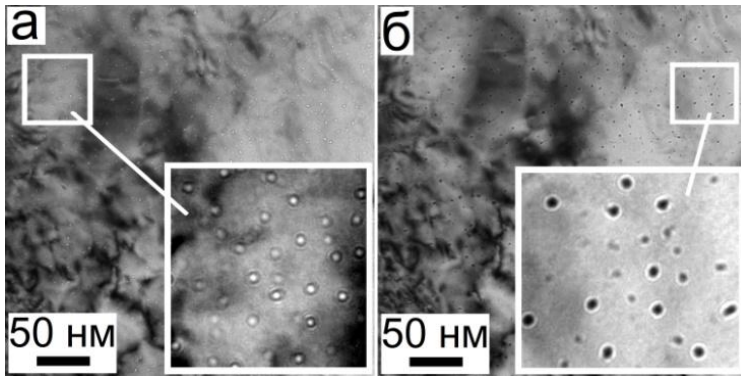


Рисунок 20 – Недофокусированный (а) и перефокусированный (б) снимки ПЭМ в светлом поле образцов ЧСДЦ, облученных при дозе $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$

облучения ионами при дозе $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ так же, как и для меньшей дозы (рисунок 20), имеют пониженную плотность. При этом их количество на единицу площади в центральной части зерен значительно меньше, чем у границ зерен, в отличие от рисунка 20. При дозе $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ доля фазы t'' составляет около 60 % (рисунок 18), и можно заключить, что присутствие этой фазы значительно меняет реакцию керамики на облучение БТИ.

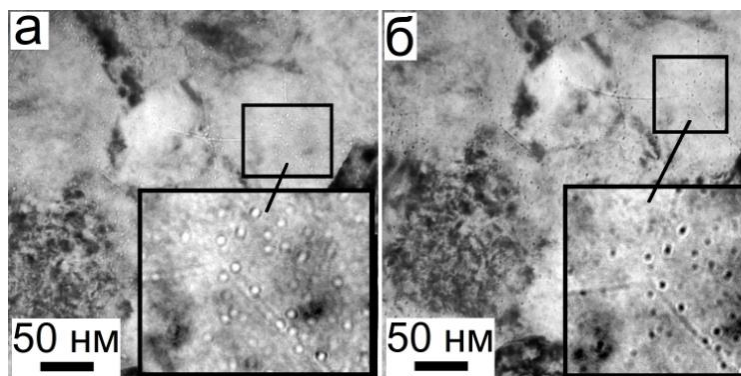


Рисунок 21 – Недофокусированный (а) и перефокусированный (б) снимки ПЭМ в светлом поле образцов ЧСДЦ, облученных до флюенса $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$

зерен и внутри зерен, наблюдаемое при увеличении дозы ионов, может быть объяснено за счет образования значительной доли фазы t'' (до 80 %). Из полученных данных сделан вывод, что фаза t'' обладает иным структурным откликом на облучение БТИ по сравнению с тетрагональной фазой t , и может быть более схожа с фазой c - ZrO_2 , в которой практически не наблюдаются структурные эффекты ионизации, вызываемые БТИ.

Видно (рисунок 22), что характер изменения микротвердости H_{IT} и H_V образцов одинаков: увеличение дозы облучения от $5,04 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до 10^{13} см^{-2}

Наблюдается очень четкое изменение контраста треков между недофокусированными (а) и перефокусированными (б) снимками ПЭМ, что указывает на значительное снижение плотности внутри одиночных треков. Наблюдаемый контраст предполагает локальное снижение плотности материала в областях треков.

На рисунке 21 видно, что треки, которые появились после облучения ионами при дозе $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ так же, как и для меньшей дозы (рисунок 20), имеют пониженную плотность. При этом их количество на единицу площади в центральной части зерен значительно меньше, чем у границ зерен, в отличие от рисунка 20. При дозе $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ доля фазы t'' составляет около 60 % (рисунок 18), и можно заключить, что присутствие этой фазы значительно меняет реакцию керамики на облучение БТИ. Замечено, что с увеличением дозы до $5,1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ образование ионных треков зависит от ориентации зерен и в основном происходит в местах скопления пор. Внутри зерен поврежденные области (ионные треки) не наблюдаются.

Таким образом, анализируя результаты РФА и ПЭМ, можно заключить, что различие в морфологии треков вблизи границ

приводит к постепенному росту микротвердости в поверхностном слое керамики, которая выходит на насыщение при дозе $\sim 10^{13} \text{ см}^{-2}$. Облучение до дозы $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ приводит к небольшому снижению H_{IT} и H_V , но при этом превышают исходное значение необлученных образцов на $\sim 25\%$ и $\sim 8\%$ соответственно.

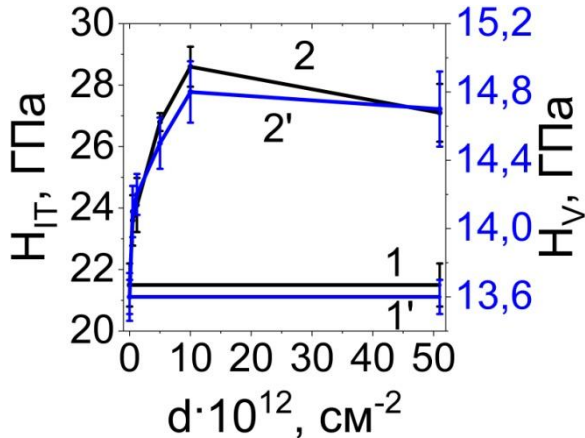


Рисунок 22 – Микротвердость ЧСДЦ до (кривые 1 и 1') и после (кривые 2 и 2') облучения.

(Кривые 1 и 2 – нагрузка на индентор 0,5 Н (H_{IT})), (кривые 1' и 2' – нагрузка на индентор 3 Н (H_V))

пониженную плотность. Эти два факта позволяют предположить, что ЧСДЦ расширяется под действием ионного облучения, что может создать сжимающие напряжения в облучаемой области, которое способно увеличивать микротвердость керамики.

Кроме того, имеется явная корреляция зависимости H_{IT} и H_V от дозы (рисунок 22) с дозовой зависимостью объемной доли фазы t'' в облученных образцах (рисунок 18). А именно, значительное изменение обеих характеристик при малых дозах и выход на насыщение при дозе около 10^{13} см^{-2} . Это свидетельствует о влиянии генерируемой фазы t'' на радиационное упрочнение исследуемых образцов ЧСДЦ.

Резюмируя полученные результаты, пришли к выводу, что к росту H_{IT} и H_V могут приводить не только формируемые в результате облучения дефектные области (треки), фазовый переход $t \rightarrow t''$, но и остаточные сжимающие напряжения в облученном слое.

Понижение H_{IT} и H_V (рисунок 22) при увеличении дозы ($> 10^{13} \text{ см}^{-2}$), вероятно, связано с двумя факторами: во-первых, согласно результатам ПЭМ (рисунок 21), треки в образцах с большой долей фазы t'' проявляются слабее, следовательно, вклад радиационных повреждений в упрочнение может уменьшаться; во-вторых, снижение доли фазы t (рисунок 18) с ростом флюенса может приводить к уменьшению вклада трансформационного упрочнения.

На основании полученных измерений H_{IT} и E_{IT} произведена количественная оценка показателя сопротивления к износу и параметра сопротивления пластической деформации до и после ионного облучения.

В конце главы представлены выводы по результатам исследований.

По результатам диссертационного исследования даны рекомендации практического применения ионного облучения в целях эффективной модификации оксидной керамики.

Рост H_{IT} и H_V по мере увеличения дозы от $5,04 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до 10^{13} см^{-2} можно объяснить образованием поврежденных областей с пониженной плотностью (рисунок 20, 21) при прохождении ионов, которые могут выступать стопорами дислокаций.

На рисунке 17 показано, что происходит увеличение параметра решетки тетрагональной фазы (в основном вдоль оси c) с увеличением дозы БТИ. Данные ПЭМ (рисунок 20) также показывают, что треки, сформированные БТИ, имеют

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ ДИССЕРТАЦИОННОГО ИСЛЕДОВАНИЯ

1. Воздействие ионного пучка с энергией 30 кэВ при плотности тока 300 мкА/см² и дозах падающих на поверхность ионов от $9,4 \cdot 10^{15}$ см⁻² до 10^{18} см⁻² оказывает схожее влияние на поверхностный слой керамик из частично стабилизированного диоксида циркония и оксида алюминия.

Под действием облучения при дозах от $9,4 \cdot 10^{15}$ см⁻² до $5 \cdot 10^{17}$ см⁻² керамика из частично стабилизированного диоксида циркония проявляет свойства полиморфизма, в результате в поверхностном слое формируется моноклинная фаза от 5 % до 12 %. Повышение плотности тока до 500 мкА/см² не приводит к увеличению количества моноклинной фазы. Облучение при плотности тока 500 мкА/см² и дозах $2,2 \cdot 10^{16}$ см⁻² и $1,2 \cdot 10^{17}$ см⁻² вызывает формирование моноклинной фазы не более 6 %. С увеличением дозы облучения как в Режиме А, так и в Режиме Б до 10^{18} см⁻² фазовой перестройки не наблюдается.

Облучение керамики из оксида алюминия при плотности тока 300 мкА/см² и дозах 10^{16} см⁻² и 10^{17} см⁻² не вызывает фазовой перестройки в поверхностном слое, так как α -фаза наиболее стабильная фаза алюмооксидной керамики.

Характерным для двух типов керамик является превалирование процесса распыления над ионной имплантацией при повышении, как дозы ($>10^{17}$ см⁻²), так и плотности тока (>300 мкА/см²) ионного пучка.

2. Ионное воздействие приводит к упрочнению поверхностного слоя керамик из частично стабилизированного диоксида циркония и оксида алюминия. Степень изменения микротвердости и модуля упругости зависит от параметров ионного пучка.

Микротвердость и модуль упругости поверхностного слоя керамики из частично стабилизированного диоксида циркония после облучения при плотности тока 300 мкА/см² и дозах падающих на поверхность ионов от $9,4 \cdot 10^{15}$ см⁻² до 10^{18} см⁻² повышаются от 3 % до 17 %. Облучение при плотности тока 500 мкА/см² и дозах от $2,2 \cdot 10^{16}$ см⁻² до 10^{18} см⁻² приводит к росту микротвердости и модуля упругости от 3 % до 8 %. С ростом дозы и плотности тока наблюдается снижение степени упрочнения поверхностного слоя керамики. Изменение механических свойств происходит из-за роста сжимающих напряжений и фазовой перестройки.

Облучение при плотности тока 300 мкА/см² и дозе 10^{16} см⁻² приводит к повышению микротвердости и модуля упругости поверхностного слоя керамики из оксида алюминия на 55 % и в 2 раза соответственно. Микротвердость и модуль упругости повышается на 40 % и в 1,7 раз соответственно после обработки при дозе 10^{17} см⁻². Изменение механических свойств происходит из-за роста сжимающих напряжений.

Уменьшение микротвердости и модуля упругости в поверхностном слое керамик связано с распылением облученного слоя с повышением дозы ($>10^{17}$ см⁻²) и плотности тока (>300 мкА/см²), в котором происходит изменение механических свойств.

К изменению механических свойств (микротвердость, модуль упругости) поверхностного слоя керамик на глубине, на порядки превышающей глубину имплантации ионов аргона, приводит эффект дальнего действия. Так как энергия имплантированных ионов преимущественно расходуется на образование фононов, эти фононы генерируют послекаскадные ударные волны, которые

распространяются вглубь керамик, приводя к увеличению области генерации дефектов и сжимающих напряжений, инициируя перестройку кристаллической структуры, таким образом, изменяя механические свойства.

3. Облучение интенсивными импульсными ионными пучками углерода с энергией 200 кэВ, плотностью ионного тока 15 А/см^2 , 50 А/см^2 и 85 А/см^2 и плотностью энергии $0,3 \text{ Дж/см}^2$, 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ приводит к различным структурным изменениям поверхностного слоя керамики из оксида алюминия. Воздействие при плотности тока 15 А/см^2 и плотности энергии $0,3 \text{ Дж/см}^2$ количеством импульсов 20, 100 и 300 не вызывает оплавления поверхности керамики. Облучение при плотности тока 50 А/см^2 и плотности энергии 1 Дж/см^2 количеством импульсов 100 приводит к образованию микроструктуры «столбчатого типа» толщиной 6–8 мкм, которая характеризуется более мелким размером зерен по сравнению с зёрнами в объеме керамики. С повышением плотности тока до 85 А/см^2 и плотности энергии до $1,5 \text{ Дж/см}^2$ ($N = 3, 10, 30$) формируется оплавленный слой с микротрещинами толщиной 9–11 мкм.

Облучение импульсными пучками при плотности тока 15 А/см^2 и плотности энергии $0,3 \text{ Дж/см}^2$ количеством импульсов 20, 100 и 300 приводит к увеличению нанотвердости керамики из оксида алюминия от 10 % до 20 %. Наибольший рост микротвердости (в 2,5 раз) наблюдается у облученных образцов со сформированной структурой «столбчатого типа». Микротвердость повышается за счет уменьшения размера зерен в поверхностном слое керамики в результате чередующихся процессов плавления и рекристаллизации.

Превалирующим физическим явлением, которое влияет на изменение нанотвердости и микротвердости поверхностного слоя керамики из оксида алюминия во время облучения при плотности энергии менее 1 Дж/см^2 , является радиационно-динамическое воздействие импульсных пучков (образование дефектов, ударных волн), при плотности энергии 1 Дж/см^2 и более – тепловое воздействие (плавление и рекристаллизация).

Облучение при плотности ионного тока 50 А/см^2 и 85 А/см^2 и плотностью энергии в импульсе 1 Дж/см^2 и $1,5 \text{ Дж/см}^2$ приводит к формированию в керамике из оксида алюминия поверхностного градиентного слоя, в котором по мере удаления от поверхности изменяются структура и механические свойства (микротвердость, модуль упругости).

4. Воздействие на керамику из частично стабилизированного диоксида циркония интенсивными импульсными пучками ионов азота при энергии 300 кэВ, плотности ионного тока $150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и плотности энергии в импульсе $((3,5 \text{ и } 5) \pm 5 \%) \text{ Дж/см}^2$ приводит к сверхбыстрому плавлению с последующей рекристаллизацией, которая сопровождается образованием дефектов в виде кратеров и трещин в поверхностном слое.

Формируется моноклинная фаза не более 13 % и 18 % в поверхностном слое частично стабилизированного диоксида циркония под действием импульсных пучков при плотности ионного тока $150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и плотности энергии $3,5 \pm 5 \%$ Дж/см^2 и $5 \pm 5 \%$ Дж/см^2 .

Облучение при плотности ионного тока $150\text{--}200 \text{ А/см}^2$ и плотности энергии $3,5 \pm 5 \%$ Дж/см^2 и $5 \pm 5 \%$ Дж/см^2 приводит к появлению электропроводности в поверхностном слое частично стабилизированного диоксида циркония, в результате нарушения стехиометрии по кислороду в облученных образцах.

5. Облучение высокоэнергетическими (167 МэВ) ионами ксенона при дозах падающих на поверхность ионов от $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ вызывает формирование в поверхностном слое керамики из частично стабилизированного диоксида циркония нетрансформируемой метастабильной t'' -фазы, которая обладает такой же степенью тетрагональности, как и кубическая фаза стабилизированного диоксида циркония. Доля фазы t'' растет с дозой облучения.

Воздействие высокоэнергетических ионов при дозах от $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ приводит к формированию трековых областей преимущественно у границ зерен. При дозах от $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ доля фазы t'' в поверхностном слое составляет от 60 % до 80 %. Фаза t'' , образующаяся в результате облучения, устойчива к структурным эффектам ионизации, вызываемые тяжелыми ионами высоких энергий.

Облучение при дозах от 10^{11} см^{-2} до 10^{13} см^{-2} приводит к росту микротвердости от 8 % до 30 %. При дозе 10^{13} см^{-2} микротвердость максимально увеличивается на 30 %. С повышением дозы до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ наблюдается снижение микротвердости, но при этом превышая на 8 % исходное значение микротвердости необлученных образцов. К росту микротвердости в облученном слое приводят формируемые в результате облучения дефектные области (треки), фазовый переход $t \rightarrow t''$ и остаточные сжимающие напряжения. Уменьшение микротвердости при повышении дозы облучения до $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ связано со слабым проявлением треков в облученном слое с большой долей фазы t'' (около 80 %), следовательно, вклад радиационных повреждений в упрочнение уменьшается.

6. Облучение ускоренными ионами в энергетическом диапазоне от 30 кэВ до 167 МэВ в непрерывном и импульсном режимах приводит к формированию в керамиках из частично стабилизированного диоксида циркония и оксида алюминия поверхностного градиентного слоя с изменяющимися по мере удаления от поверхности структурой, фазовым составом и механическими (микротвердость, модуль упругости) свойствами.

В разделе **Заключение** подведены основные итоги диссертационного исследования.

ОСНОВНОЙ СПИСОК ТРУДОВ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. **Boltueva, V. A.** Swift heavy ion induced phase transformations in partially stabilized ZrO_2 / S. A. Ghyngazov, **V. A. Boltueva**, J. H. O'Connell, T. N. Vershinina, N. S. Kirilkin, R. A. Rymzhanov, V. A. Skuratov, A. P. Surzhikov // Radiation Physics and Chemistry. – 2022. – Vol. 192. – 109917.

2. **Kostenko (Boltueva), V. A.** Influence of Ion Treatment Modes on the Physical and Mechanical Properties of Zirconia Ceramics / S. A. Ghyngazov, **V. A. Kostenko (Boltueva)**, A.K. Khassenov // Inorganic Materials: Applied Research.–2021. – Vol. 2. – P. 262–270. (С. А. Гынгазов, **В. А. Костенко (Болтуева)**, А. К. Хасенов Влияние режимов ионной обработки на физико-механические свойства циркониевой керамики // Перспективные материалы. – 2020. – № 10. – С. 1–14).

3. **Kostenko (Boltueva) V.** Surface modification of $\text{ZrO}_2\text{-}3\text{Y}_2\text{O}_3$ ceramics with continuous Ar^+ ion beams / S. Ghyngazov, V. Ovchinnikov, **V. Kostenko (Boltueva)**, N. Gushchina, F. Makhinko // Surface and Coatings Technology. – 2020. – Vol. 388. – Article number 125598. – P. 1–8.

4. **Kostenko (Boltueva), V. A.** Surface modification of $ZrO_2-3Y_2O_3$ with highintensity pulsed N^{2+} ion beams / S. A. Ghyngazov, Xiao Peng Zhu, A. I. Pushkarev, Yu. I. Egorova, S. V. Matrenin, **V. A. Kostenko (Boltueva)**, C.C. Zhang, Mingkai Lei // Russian Physics Journal. – 2020. – Vol. 63 (1). – P. 176–179. (С. А. Гынгазов, Xiao Peng Zhu, А. И. Пушкарев, Ю. И. Егорова, С. В. Матренин, **В. А. Костенко (Болтуева)**, С. С. Zhang, Mingkai Lei Поверхностная модификация $ZrO_2-3Y_2O_3$ интенсивными импульсными ионными пучками N^{2+} // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2020. – Т 63. – №1. – С. 159-161).

5. **Kostenko (Boltueva), V.** Ion modification of alumina ceramics / S. Ghyngazov, **V. Kostenko (Boltueva)**, S. Shevelev, E. Lysenko, A. Surzhikov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B. – 2020. – Vol. 464. – P. 89 – 94.

6. **Костенко (Болтуева), В.** Действие ионной обработки на структурно-фазовую перестройку циркониевой керамики / С. А. Гынгазов, **В. А. Костенко (Болтуева)** // Системы. Методы. Технологии. – 2020. – № 1 (45). – С. 21–28.

7. **Kostenko (Boltueva), V. A.** Surface modification of corundum ceramics by argon ion beam / S. A. Ghyngazov, **V. A. Kostenko (Boltueva)**, V. V. Ovchinnikov, N. V. Gushchina, F. F. Makhinko // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – Vol. 10.–P.438–444.(С. А. Гынгазов, **В. А. Костенко (Болтуева)**, В. В. Овчинников, Н. В. Гущина, Ф. Ф. Махинько Поверхностная модификация корундовой керамики ионным пучком аргона // Перспективные материалы. 2018. – №8. – С. 61-71).

8. **Kostenko (Boltueva), V.** Ion processing of alumina ceramics by high-power pulsed beams / S. A. Ghyngazov, S. Pavlov, **V. Kostenko (Boltueva)**, A. Surzhikov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B. – 2018. – Vol. 434. – P. 120–123.

9. **Kostenko (Boltueva), V.** Ion Processing of Zirconium Ceramics by High-Power Pulsed Beams / **V. Kostenko (Boltueva)**, S. Pavlov, S. Nikolaeva // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 289. – 012019.

Результат интеллектуальной деятельности, оформленный по результатам исследования:

1. Результат интеллектуальной деятельности (ноу-хау) №1/19-нх. «Способ ионной обработки керамических материалов» от 04.04.2019 / Гынгазов С. А., **Костенко (Болтуева) В.**, Лысенко Е. Н.