

УДК 538.975:539.24:54.03

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МАГНИЯ ПОД ДЕЙСТВИЕМ МОЩНОГО ИОННОГО ПУЧКА

© 2022 г. Т. В. Панова^а, *, В. С. Ковивчак^а

^аОмский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, 644077 Россия

*e-mail: panovatv@omsu.ru

Поступила в редакцию 11.07.2021 г.

После доработки 10.09.2021 г.

Принята к публикации 18.09.2021 г.

Исследовано воздействие мощного ионного пучка наносекундной длительности на поликристаллический магний. Обнаружено уменьшение содержания оксида магния на поверхности образца при возрастании плотности тока ионного пучка и числа импульсов. При плотности тока 150 А/см² оксид магния обнаруживается только на краях кратерных образований. В зоне кратеров наблюдались трещины, свидетельствующие о достижении критических значений остаточных напряжений при используемых в эксперименте режимах облучения. Анализ изменения зеренной структуры показал, что облучение мощным ионным пучком приводит к уменьшению размеров зерен в 1.6 раза. Наблюдается увеличение значений микротвердости для образцов магния, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 50 и 100 А/см² тремя импульсами в 1.3 и 1.4 раза, соответственно, для глубины проникновения индентора до 6 мкм, для плотности тока 100 А/см² на больших глубинах — в 1.6 раза. Обнаружено два характерных максимума микротвердости на глубинах ~6 и ~9 мкм для образцов магния, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 150 А/см² тремя импульсами. Обсуждены возможные механизмы измельчения зеренной структуры и изменения микротвердости в магнии при облучении мощным ионным пучком.

Ключевые слова: мощный ионный пучок, магний, морфология поверхности, структура, окисная пленка, испарение, газодинамический разлет, кратеры, трещины.

DOI: 10.31857/S1028096022040100

ВВЕДЕНИЕ

Интерес к магнию и его сплавам как к конструкционным и биоматериалам в настоящее время растет благодаря их уникальным свойствам: идеальным отношением прочности к плотности при очень хорошей биосовместимости, хорошими демпфирующими характеристиками и технологичностью. Чистый магний используется в медицине, атомной и полупроводниковой промышленности, для производства магниевых конструкционных сплавов, востребованных в авиационной, автомобильной, химической, нефтеперерабатывающей промышленности, в приборостроении [1, 2]. Между тем применение магния и магниевых сплавов в современной промышленности сдерживается из-за плохой обрабатываемости при комнатной температуре. Перспективным способом повышения обрабатываемости магния является создание мелкозернистой структуры за счет интенсивной пластической деформации при облучении мощным ионным пучком наносекундной длительности. Быстрый ввод энергии в ме-

таллы приводит к возрастанию температуры (вплоть до температуры кипения) и генерации полей напряжений и ударных волн. Это вызывает структурные превращения и пластическую деформацию [3–6]. Проведенные исследования ряда черных и цветных металлов, облученных мощным ионным пучком, показали, что структурно-модифицированные поверхностные слои имеют более высокие физико-механические и физико-химические свойства, такие как микротвердость, износостойкость, прочностные характеристики, эрозионную и коррозионную стойкость и другие [7–10]. Помимо практического интереса исследование магния, облученного мощным ионным пучком, имеет место и научный интерес, связанный с изучением процессов, происходящих при воздействии высокоэнергетических пучков на материалы с невысокими температурами плавления и испарения. К таким материалам относится магний, имеющий температуру плавления 923 К, при этом давление насыщенного пара при темпе-

ратуре 860.6 К составляет 10^2 Па, а при температуре 1142 К — 10^4 Па.

Целью настоящей работы является исследование воздействия мощного ионного пучка наносекундной длительности на поверхностные слои поликристаллического магния.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объектов исследования были выбраны диски поликристаллического магния (99.9%) диаметром 12 и толщиной 2 мм. Перед облучением образцы подвергались стандартной механической обработке: шлифовке и полировке с последующей химической очисткой и термообработкой при температуре 100°C в течение одного часа. Облучение проводили на ускорителе “Темп” (Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского) протон-углеродным пучком (30% H^+ и 70% C^+) с энергией частиц $E \approx 200$ кэВ, длительностью импульса облучения $\tau = 60$ нс в диапазоне плотностей тока пучка 50–150 А/см². В экспериментах варьировалась плотность тока пучка j и число импульсов облучения n . Оценочные значения пробегов ионов в магнии составляют ~0.5 мкм для ионов углерода и ~3 мкм для протонов. Морфологию поверхности и состав модифицированных слоев исследовали с помощью растровой электронной микроскопии, при этом использовали сканирующий электронный микроскоп JSM-6610LV фирмы “JEOL” с рентгеновским энергодисперсионным анализатором Inca-350, и оптической микроскопии (Neophot-2). Фазовый анализ проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН 3М (CuK_α -излучение). Микротвердость измеряли методом Виккерса на твердомере ПМТ-3.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Известно, что при воздействии мощного ионного пучка на материалы быстрый ввод энергии приводит к изменению температуры в приповерхностных слоях, которое сопровождается нагревом, плавлением и испарением материала мишени [11]. Характер нагрева определяется скоростью изменения температуры, температурными градиентами, временем, необходимым для достижения определенной температуры в заданных точках на поверхности, и другими параметрами процесса, которые различаются в зависимости от свойств материала и условий обработки [12]. Нагрев и последующее охлаждение материала вызывают в нем структурные и фазовые превращения. Характер превращений существенно зависит как от параметров ионного пучка (энергии частиц,

плотности тока пучка), так и от термодинамических характеристик облучаемого материала. Наряду со структурно-фазовыми превращениями происходят значительные изменения морфологии поверхности мишени [13]. Проведенные нами ранее исследования морфологии показали образование кратеров и периодических структур на облученной поверхности магния [14].

Поскольку магний имеет невысокую температуру плавления (923 К), то использование минимальной в нашем эксперименте плотности тока 50 А/см² при облучении мощным ионным пучком уже привело к оплавлению поверхностного слоя. На поверхности наблюдалось образование большого числа кратеров с размерами от 5 до 80 мкм (рис. 1а). При этом исследования показали, что формирование кратеров происходит не на границах зерен, где скапливаются примеси и дефекты кристаллического строения, а в самом зерне, что свидетельствует об облегченном выходе растворенных газов по телу зерна (рис. 1б). Энергодисперсионный анализ показал, что при облучении произошло уменьшение содержания кислорода, так, если в необлученной зоне отношение $R_{Mg/O}$ составляет 13, то в облученной зоне оно равно 55. Об удалении кислорода из зоны теплового влияния мощного ионного пучка указывают и данные рентгеноструктурного анализа. На рис. 2 представлены дифрактограммы необлученного магния (1) и облученного мощным ионным пучком с плотностью тока 50 А/см² тремя импульсами (2). Анализ показал, что в необлученном магнии, помимо рефлексов от самого магния, присутствуют пики от его окисла MgO. После облучения мощным ионным пучком с плотностью тока 50 А/см² тремя импульсами интенсивность пиков от магния возросла, а от его окисла уменьшилась. Это свидетельствует об удалении части окисла с поверхности, связанного как с частичным испарением, так и с газодинамическим разлетом поверхностного слоя.

Увеличение плотности тока и числа импульсов показало возрастающую тенденцию к уменьшению окисного слоя. Согласно результатам энергодисперсионного анализа, для образцов, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 100 А/см² и числом импульсов от 1 до 5, содержание кислорода в поверхностном слое резко уменьшается, и отношение $R_{Mg/O}$ изменяется от 60 до 83. В образцах, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 150 А/см², на большей части поверхности кислород вообще не обнаруживается вне зоны кратеров, тогда как на краях кратеров он присутствует.

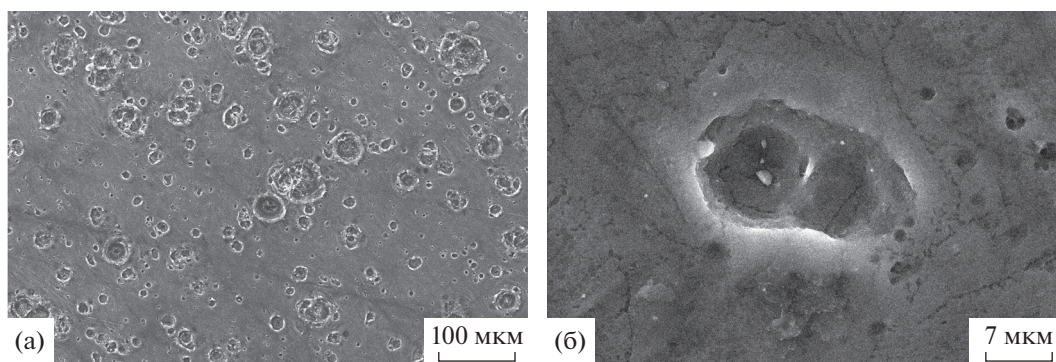


Рис. 1. Кратерообразование на поверхности магния, облученного МИП с плотностью тока 50 А/см^2 тремя импульсами: а — обзорная панорама, б — кратеры в зоне зерна.

Поскольку при воздействии мощного ионного пучка энергия пучка поглощается в узком поверхностном слое и не успевает отводиться вглубь мишени, высокая концентрация энергии в приповерхностном слое приводит к испарению атомов и переходу вещества в состояние плазмы [15]. Когда плазма расширяется, возникает очень высокое давление и образуется ударная волна. Действие ударной волны приводит к изменению структуры материала мишени и даже ее разрушению [16–19]. На рис. 3а показано такое разрушение в магнии, облученном мощным ионным пучком с плотностью тока 100 А/см^2 одним импульсом. Видно, что на поверхности образуются трещины, которые возникают в основном в зоне кратеров. Наличие трещин на облученной поверхности свидетельствует о достижении критических значений остаточных напряжений, которые, в свою очередь, приводят к разрушению поверхности магния. На рис. 3б показаны образующиеся при облучении с максимальной плотностью тока 150 А/см^2 сфероидальные частицы, представляющие собой, согласно данным энергодисперсионного анализа, осевшие при испарении частицы магния. Формирование сфероидальных частиц на облученной поверхности мы наблюдали и на алюминии, имеющем также невысокую температуру плавления [20].

Структурные изменения, произошедшие в результате теплового и ударно-волнового воздействия, привели к уменьшению размеров зерен, которое демонстрируется на рис. 4. Структура магния в необлученном состоянии является равноосной с присутствием двойников. При облучении мощным ионным пучком магния с плотностью ионного тока 50 А/см^2 тремя импульсами (рис. 4б) структура остается равноосной, но из-за прошедшей пластической деформации количество двойников заметно возросло. В зонах кратеров зеренная структура сохраняется, однако раз-

меры зерен на этих участках меньше, чем в межкратерном пространстве. При облучении мощным ионным пучком с плотностью тока 100 и 150 А/см^2 и количеством импульсов от 1 до 5 наблюдается резкое измельчение зеренной структуры магния. Измерение размеров зерен показало, что для необлученного магния размеры зерен варьируются от 4 до 73 мкм, при этом максимальное количество зерен наблюдается с размерами 10 мкм. При облучении магния мощным ионным пучком с плотностью тока 50 А/см^2 тремя импульсами размеры зерен составили от 2 до 37 мкм, максимальное количество зерен наблюдается с размерами 6 мкм. При увеличении плотности тока до 150 А/см^2 и варьировании количества импульсов размеры зерен стали не более 25 мкм, а размеры зерен, количество которых максимально, также составляют примерно 6 мкм. Таким образом, при облучении поликристаллического магния мощным ионным пучком с плотностью тока 50 А/см^2 тремя импульсами происходит уменьшение раз-

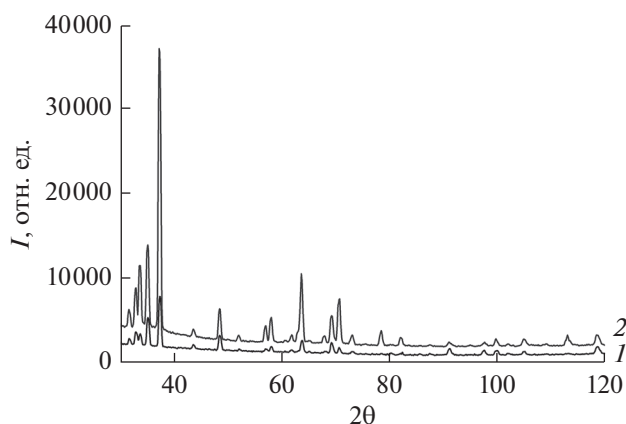


Рис. 2. Дифрактограммы поликристаллического магния до (1) и после облучения тремя импульсами МИП с плотностью тока 50 А/см^2 (2).

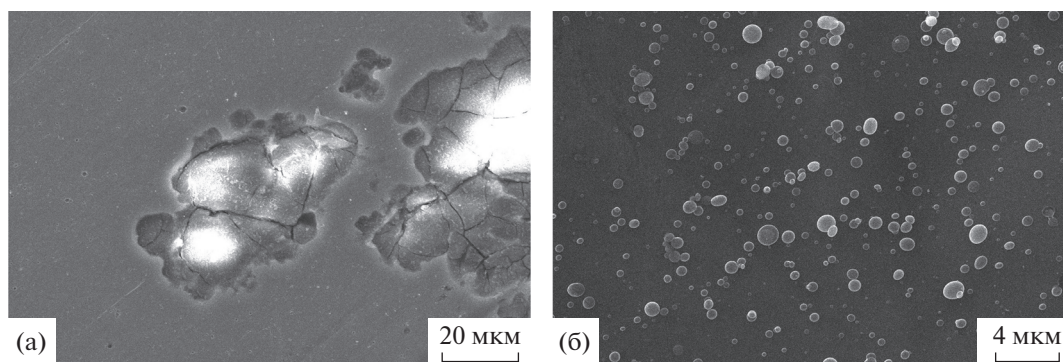


Рис. 3. Образование трещин (а) и сфероидальных частиц (б) на поверхности магния, облученного одним импульсом МИП с плотностью тока 100 A/cm^2 .

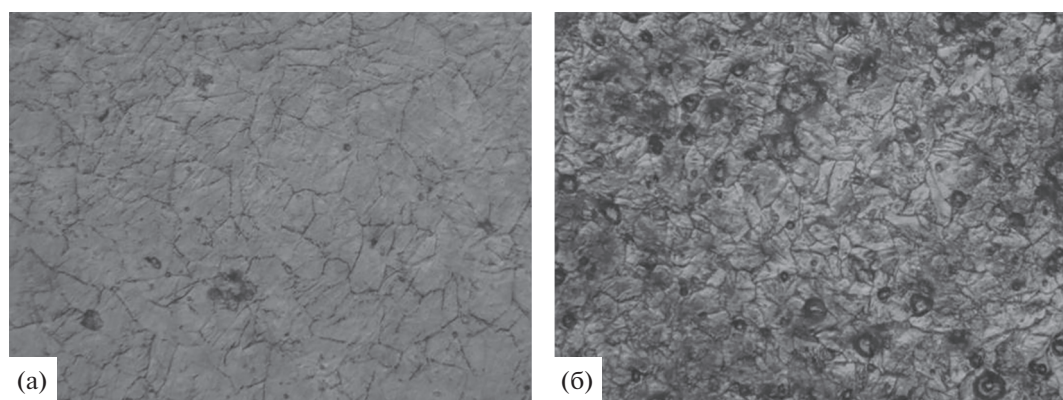


Рис. 4. Оптическое изображение (увеличение $\times 500$) зеренной структуры поликристаллического магния до облучения (а) и после облучения тремя импульсами МИП с плотностью тока 50 A/cm^2 (б).

меров зерен в два раза, а для максимальной плотности тока 150 A/cm^2 размеры зерен уменьшаются в три раза. Сравнение размеров зерен, количество которых максимально для каждого режима облу-

чения, показало их уменьшение в 1.6 раз при возрастании плотности ионного тока.

Согласно анализу изменения микротвердости (рис. 5), наблюдается увеличение значений последней для образцов, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 50 и 100 A/cm^2 тремя импульсами в 1.3 и 1.4 раза соответственно, для глубины проникновения индентора до 6 мкм. На больших глубинах для плотности тока 100 A/cm^2 увеличение микротвердости произошло в 1.6 раза. Что касается образцов магния, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 150 A/cm^2 тремя импульсами, то график микротвердости для них имеет два характерных максимума на глубинах ~ 6 и ~ 9 мкм. Такой характер зависимости связан, по-видимому, с максимумами плотности дислокаций на этих глубинах. Ударная волна, распространяющаяся вглубь мишени, может создавать дефекты деформации на глубине до сотен мкм, что значительно превышает пробег ионов углерода и водорода. На участке до 8 мкм значения микротвердости меньше для необлученного

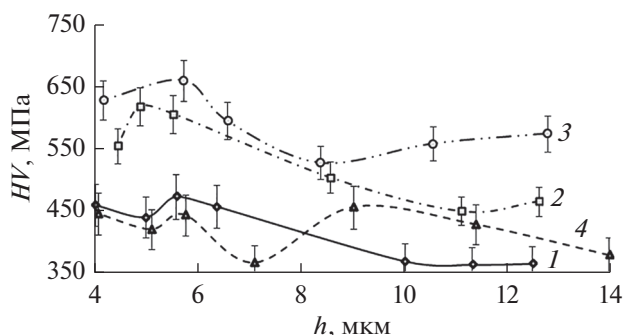


Рис. 5. Распределение микротвердости в магнии по глубине проникновения индентора: 1 – необлученный образец; 2, 3 и 4 – образцы, облученные тремя импульсами МИП с плотностью тока 50, 100 и 150 A/cm^2 соответственно.

образца в этой зоне, однако, начиная с 8 мкм, значение микротвердости становится больше, чем в необлученном образце. Наблюдаемый характер распределения микротвердости по глубине для образцов, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 50 и 100 А/см², по-видимому, определяется как измельчением зеренной структуры, так и возрастанием плотности дислокаций. Наблюдаемые максимумы микротвердости на начальном участке графиков и сдвиг их в сторону больших глубин при возрастании плотности тока свидетельствуют о максимуме плотности дислокаций, который смещается вглубь металла при увеличении размеров зоны теплового и ударно-волнового влияния. Для образцов магния, облученных мощным ионным пучком с плотностью тока 150 А/см², увеличение времени нахождения при высоких температурах привело к частичному отжигу дислокаций, что сказалось на значениях микротвердости.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, при воздействии мощным ионным пучком на магний обнаружено уменьшение слоя окисла магния, связанное с испарением и газодинамическим разлетом тонкого поверхностного слоя, которое с увеличением плотности тока происходит наиболее интенсивно. На поверхности облученного мощным ионным пучком магния образуются кратеры, капиллярные волны, а также осажденные частицы испаренного магния, что, по-видимому, связано с возникающим при воздействии мощного ионного пучка импульсом отдачи интенсивно испаряющегося металла. На поверхности кратеров обнаружено увеличенное содержание кислорода, что возможно связано с его интенсивным выделением из внутренних слоев образца. При облучении мощным ионным пучком поликристаллического магния происходит перекристаллизация в зоне теплового влияния, что сопровождается измельчением зеренной структуры. Было обнаружено, что после облучения мощным ионным пучком с плотностью тока 50 А/см² размеры зерен уменьшаются в два раза относительно необлученного образца. При плотности тока 150 А/см² размеры зерен уменьшаются в три раза. В среднем, для всех режимов облучения размеры зерен уменьшаются в 1.6 раза. Подобное изменение микроструктуры магния связано с интенсивным процессом пластической деформации при облучении мощным ионным пучком.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волкова Е.Ф. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2006. № 11. С. 5.

2. Волкова Е.Ф., Антипов В.В. // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. № 5. С. 20.
3. Грибков В.А., Григорьев В.И., Калинин Б.А., Якушин В.Л. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. Москва: Круглый год, 2001. 528 с.
4. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками. Под ред. Дж.М. Поута, Г. Фоти, Д.К. Джекобсона. Пер. с англ. Мышкина Н.К., Белого А.В., Анищик В.М. под ред. Углова А.А. Москва: Машиностроение, 1987. 423 с.
5. Аброян И.А., Андронов А.Н., Титов А.И. Физические основы электронной и ионной технологии. Москва: Высшая школа, 1984. 320 с.
6. Комаров Ф.Ф. Ионная имплантация в металлы. Москва: Металлургия, 1990. 216 с.
7. Панова Т.В., Ковивчак В.С., Блинов В.И., Стукова К.М. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2009. № 4. С. 12.
8. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Михайлов К.А., Князев Е.В. // Поверхность Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2013. № 6. С. 34. <https://doi.org/10.7868/S0207352813040124>
9. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Михайлов К.А., Князев Е.В. // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. В. 1. С. 11.
10. Панова Т.В., Ковивчак В.С. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 11. С. 94. <https://doi.org/10.1134/S1028096019110177>
11. Бойко В.И., Евстигнеев В.В. Введение в физику взаимодействия сильноточных пучков заряженных частиц с веществом. Москва: Энергоатомиздат, 1988. 136 с.
12. Блейхер Г.А., Кривобоков В.П., Пащенко О.Б. // Известия ВУЗов. Физика. 1997. № 2. С. 67.
13. Панова Т.В., Ковивчак В.С., Писчасов Н.И. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2000. № 5. С. 23.
14. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Михайлов К.А. // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. В. 23. С. 55.
15. Диденко А.Н., Лигачев А.Е., Куракин И.Б. Воздействие пучков заряженных частиц на поверхность металлов и сплавов. Москва: Энергоатомиздат, 1987. 184 с.
16. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Попов Е.В., Бурлаков Р.Б. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2003. № 4. С. 38.
17. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Геринг Г.И. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. № 4. С. 107.
18. Ковивчак В.С., Панова Т.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2020. № 1. С. 55. <https://doi.org/10.31857/S102809601912015X>
19. Kovivchak V.S., Panova T.V. // Laser and Particle Beams. 2018. V. 36. № 3. P. 359. <https://doi.org/10.1017/S026303461800037X>
20. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Михайлов К.А. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2012. № 1. С. 73.

Modification of the Surface Layers of Magnesium under the Action of a High Power Ion Beam

T. V. Panova^{1, *}, V. S. Kovivchak¹

¹*Dostoevsky Omsk State University, Omsk, 644077 Russia*

**e-mail: panovatv@omsu.ru*

The effect of a high-power ion beam (HPIB) of nanosecond duration on polycrystalline magnesium is investigated. A decrease in the content of magnesium oxide on the surface was found with an increase in the current density of the ion beam and the number of pulses. At a current density of 150 A/cm², oxide is found only at the edges of crater formations. The observed cracks in the crater zone indicate the achievement of critical values of residual stresses under the irradiation regimes used in the experiment. The analysis of changes in the grain structure showed that irradiation with HPIB leads to a decrease in the grain size by a factor of 1.6. An increase in microhardness values is observed for magnesium samples irradiated by HPIB with a current density of 50 and 100 A/cm² by three pulses by 1.3 and 1.4 times, respectively, for an indenter penetration depth of up to 6 μm, for a current density of 100 A/cm² at large depths by 1.6 times. Two characteristic maxima of microhardness were found at depths of ~6 and ~9 μm for magnesium samples irradiated with an HPIB with a current density of 150 A/cm² by three pulses. Possible mechanisms for the refinement of the grain structure and changes in the microhardness in magnesium upon HPIB irradiation are discussed.

Keywords: high power ion beam, magnesium, surface morphology, structure, oxide film, evaporation, gas-dynamic expansion, craters, cracks.