

Фазовые и структурные превращения в нитриде хрома под действием мощного пучка ионов углерода

О.К. Лепанова^{1,*}, М.С. Сыртанов², Б.Ш. Браверман¹, С.К. Павлов², А.Е. Лигачёв³

¹Томский научный центр СО РАН, Томск, Россия

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

³Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

*klavdievna.k@yandex.ru

Аннотация. Представлены результаты исследования влияния мощного ионного пучка углерода на структуру, фазовый и элементный состав нитрида хрома, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Рентгенофазовый анализ показал, что обработка СВС-CrN МИП ионов углерода приводит к перестройке в поверхностном слое CrN в Cr(N, C). Методами сканирующей электронной микроскопии (SEM 515 Philips с микрорентгеноспектральным анализатором EDAX) проведены исследования элементного состава приповерхностных слоёв облучённого СВС-CrN.

Ключевые слова: СВС-CrN, мощный импульсный пучок, фазовый состав.

1. Введение

Способы поверхностной обработки различных материалов, основанные на применении мощных импульсных пучков (МИП) ускоренных ионов приводят одновременно к комплексному радиационному, механическому, тепловому и химическому воздействию. Вследствие такой обработки поверхностные слои материалов испытывают специфические структурно – фазовые превращения и приобретают новые необычные физико-химические и механические свойств. Подавляющее число опубликованных к настоящему времени экспериментов по обработке конструкционных материалов потоками заряженных частиц связано с исследованием процессов взаимодействия мощных ионных пучков (МИП) с металлами и сплавами, полученными с помощью традиционной металлургии (литье, прокатка, порошковая металлургия) [1–4]. Эксперименты по воздействию МИП на материалы, полученные СВС-методами, практически не изучались. Поэтому в настоящей работе представлены результаты исследований воздействия МИП ионов углерода на структурно-фазовое состояние приповерхностного слоя нитрида хрома, полученного СВС-методом.

2. Методика эксперимента

Образцы для исследований вырезались из нитрида хрома, полученного с помощью самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Эксперименты проводились на ускорителе Темп-4М (НИИ ЯФ, ТПУ, Томск, Россия), работающем в двухимпульсном режиме. Образцы подвергались облучению в вакуумном диоде с фокусирующей геометрией потока ионов дозой $D = 20$ импульсов при энергии однозарядных ионов $E_i = 250$ кэВ. Поток заряженных частиц, извлекаемый из комплексной плазмы с помощью многоапертурного анода, состоял из атомарных (в основном C_{12}^+), молекулярно-кластерных частиц углерода C_n^+ и нейтралов C_n в виде устойчивых углеродных кластеров с различным числом атомов. Доля протонов в МИП по оценкам [5] не превышала $\sim 10\%$. Более подробно методика обработки материалов МИП ионами углерода приведена в работе [6].

Фазовый состав и структура приповерхностных слоёв облученных образцов исследовались с помощью дифрактометра Shimadzu XRD 7000S (Япония) в $Cu\ Ka$ – излучении. Традиционная рентгеновская съёмка по Брэггу-Брентано не всегда приемлема для исследования тонких слоёв поверхности, когда характеристики материала изменяются по толщине. В таких случаях целесообразно использование специальных методов и, в

частности, метода скользящего пучка рентгеновских лучей при изменении угла наклона образца к пучку лучей, позволяющего производить анализ по толщине анализируемого слоя. Дифракционные исследования образцов из CrN, обработанных МИП углерода проводили под углом падения луча 3° , 10° и 90° . Морфология поверхности и состав модифицированного слоя образцов исследовали с помощью растрового электронного микроскопа Philips SEM 515 фирма (Philips, Германия) с энергодисперсионной приставкой EDAX с разрешением по поверхности ~ 1 мкм и толщине анализируемого слоя ~ 1 мкм.

3. Результаты

На Рис. 1 приведены дифрактограммы СВС-нитрида хрома до и после его обработки МИП ионов углерода. На дифрактограмме необлучённого СВС-нитрида хрома наблюдаются дифракционные отражения только от CrN и Cr₂N (Рис. 1а). Как показывают многочисленные исследования, воздействию мощных ионных пучков подвержены только приповерхностные области обрабатываемых этими пучками материалов. Поэтому сведения о фазо-структурных изменениях, происходящих в приповерхностных областях материалов при такой обработке, можно получить из анализа рентгеновских данных, полученных в режиме скользящего луча. На Рис. 1б, в, г приведены дифрактограммы образцов, облучённых ионным пучком углерода ($N = 20$ имп.), при падения рентгеновского луча под углами 3° , 10° и 90° соответственно. На дифрактограмме, полученной при 3° , наблюдается уменьшение интенсивностей отражений, принадлежащих нитридам хрома, с одной стороны, а с другой, их уширение. На дифрактограмме, снятой при угле падения рентгеновского луча 10° , интенсивность отражений нитридов хрома увеличивается. На дифрактограмме, снятой при угле падения луча -90° , присутствуют отражения только от нитридов хрома, как и в необлучённом образце (Рис. 1а).

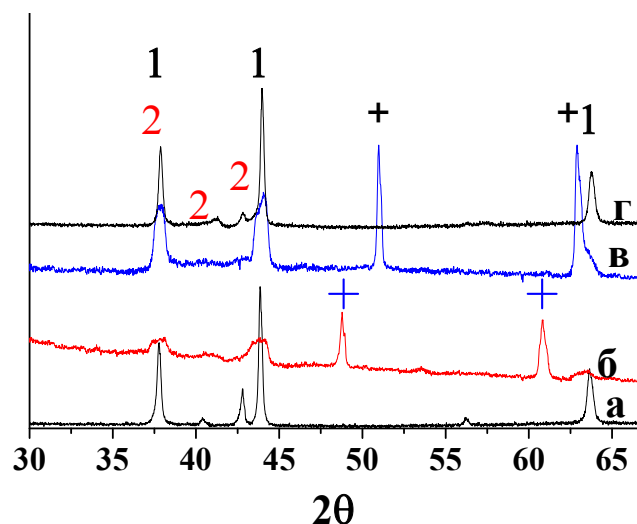


Рис. 1. Дифрактограммы СВС-нитрида хрома исходного (а) и облученного пучком ионов углерода, полученных при падении рентгеновского пучка под углами 3° (б), 10° (в) и 90° (г). 1 – CrN, 2 – Cr₂N.

На Рис. 2 приведена наиболее характерная РЭМ-микроструктура СВС-нитрида хрома после обработки МИП ионов углерода, в которой крестиками обозначены участки, в которых проводился энергодисперсионный микроанализ, а в таблицах приведены результаты количественного микроанализа. В микроструктуре обработанных образцов можно выделить области с крупнодисперсной структурой (Рис. 2а), между которыми расположены области с мелкодисперсной структурой (Рис. 2б). Согласно данным ЭДС, в участках с

крупнодисперсной структурой фиксируется Cr, C, N, O. В областях с мелкодисперсной структурой (Рис. 2б), кроме выше перечисленных элементов, фиксируется кремний. Наличие кремния в обработанных МИП образцах CrN требует дополнительных исследований. В частности, одной из причин присутствия кремния в образце CrN может быть наличие его в исходных компонент. Один из методов элементного анализа с использованием характеристического рентгеновского излучения, генерируемого электронным пучком, является элементное картирование (EDS). Этот метод визуализирует распределение составляющих элементов в образце путем отображения характеристических интенсивностей рентгеновского излучения или концентраций элементов.

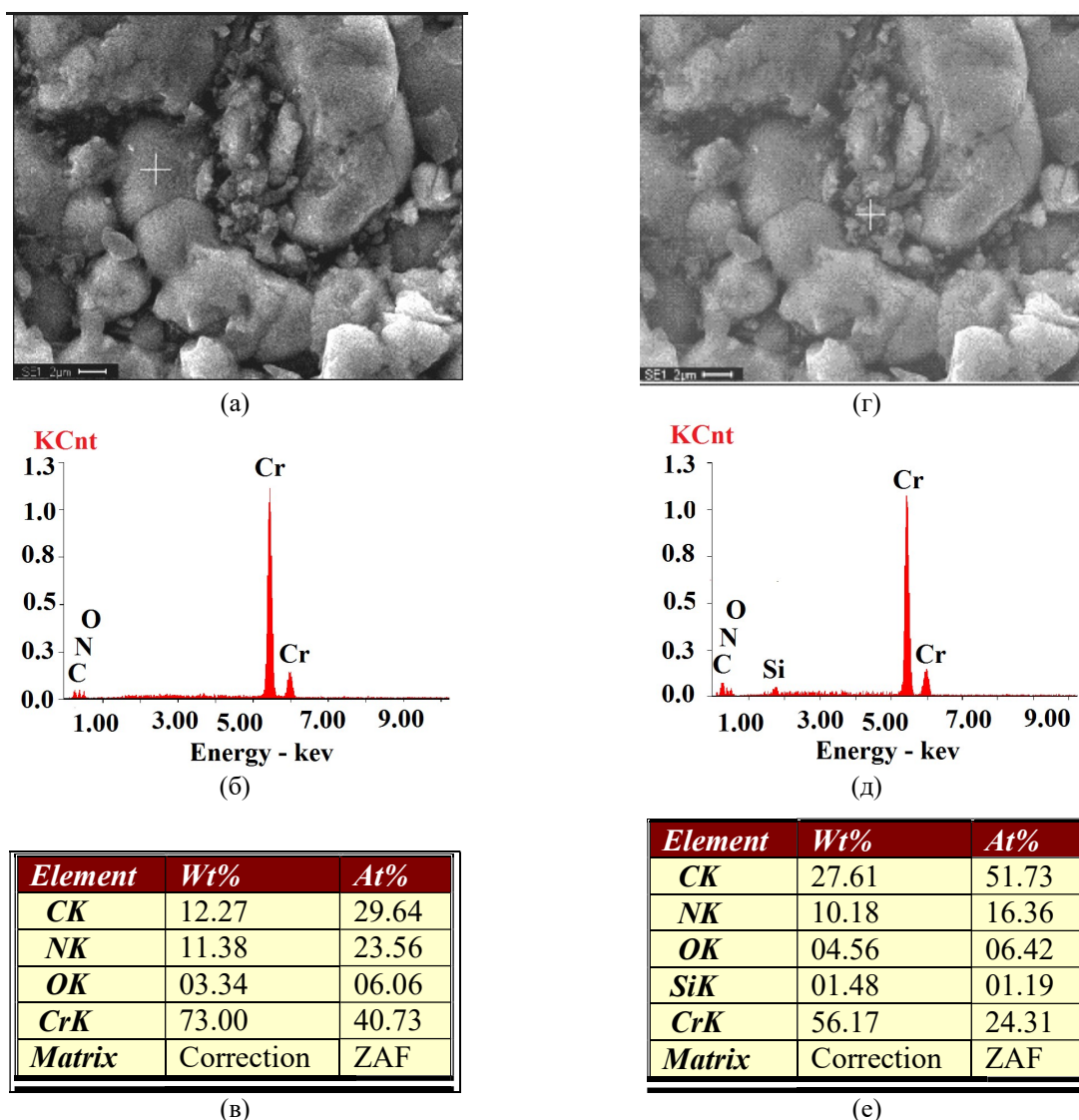


Рис. 2. РЭМ-микроструктура (а, г), EDX-микроанализ (б, д) и элементный состав (в, е) наиболее характерных областей СВС-нитрида хрома после его обработки МИП ионов углерода.

На Рис. 3 представлены РЭМ-изображения поверхности СВС-CrN после обработки МИП ионов углерода с наложением карт распределения элементов. На Рис. 3а приведена микроструктура CrN с наложенной картой распределения хрома. Видно, что хром равномерно распределён по поверхности CrN.

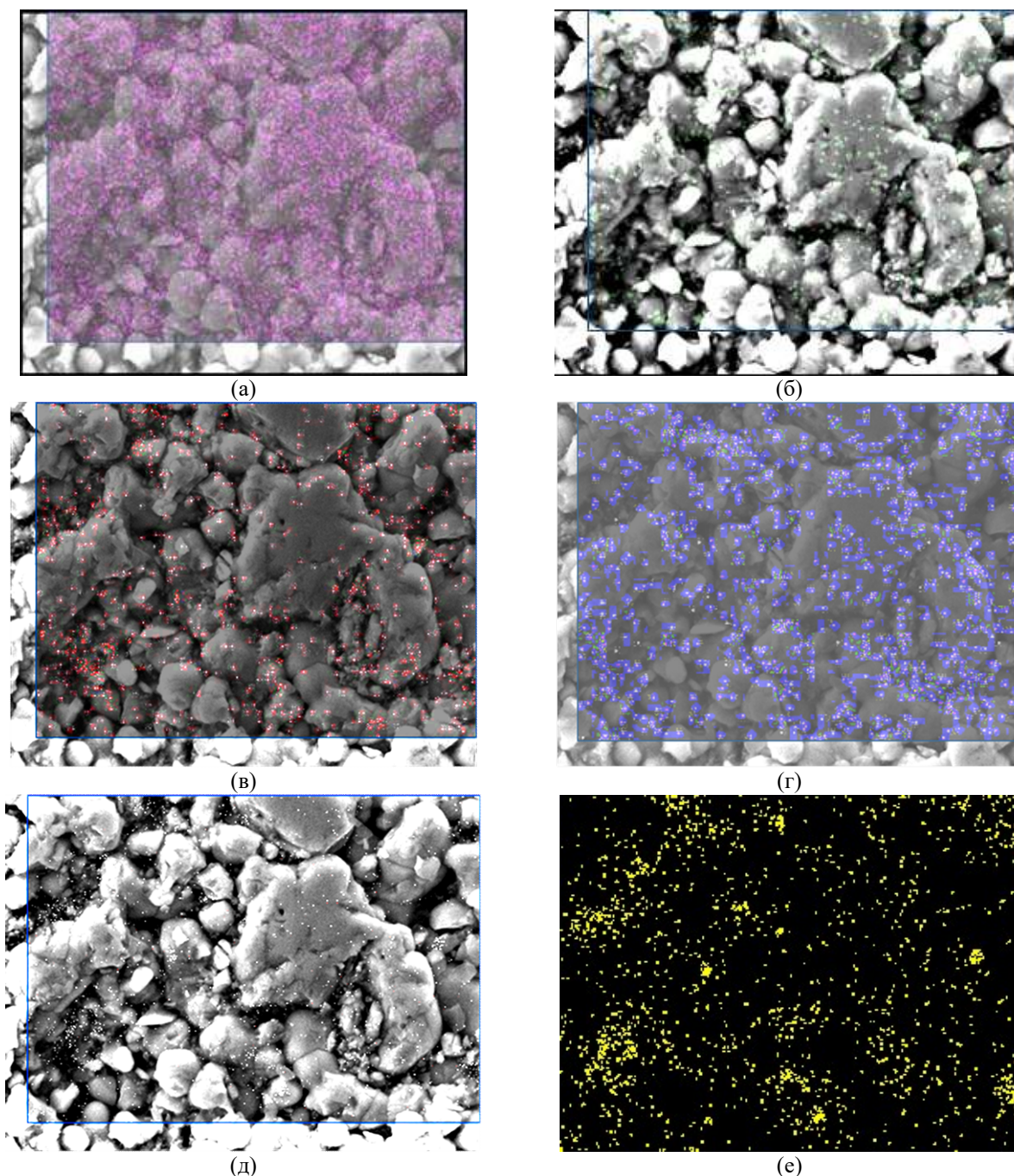


Рис. 3. РЭМ-изображение CrN, обработанного МИП углерода с наложенными картами распределения элементов: Cr (а), N (б), C (в), O (г) и Si (д), карта распределения кремния (е).

На Рис. 3б–3д приведена та же РЭМ-микроструктура, но с наложенными на неё картами распределения N, C, O, Si соответственно. На Рис. 3е приведена карта распределения кремния без наложения на РЭМ-микроструктуру. Из анализа представленных микроструктур с картами распределения элементов следует, что азот, как и хром, равномерно распределён по поверхности CrN (Рис. 3б), углерод в большем количестве фиксируется в областях с мелкодисперсной структурой (Рис. 3в), кислород фиксируется, как в областях с крупнодисперсной структурой, так и в областях с мелкодисперсной структурой. Кремний сосредоточен, в основном, в областях с мелкодисперсной структурой, что хорошо видно на Рис. 3е.

4. Заключение

Методами рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии, совмещённой с элементным картированием с использованием энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS), проанализирован фазовый состав приповерхностных слоёв СВС-CrN после воздействия мощного импульсного пучка ионов углерода. Воздействие на CrN ионного пучка вызывает изменение фазового состава вследствие образования в приповерхностных слоях образца Cr(N, C).

Наличие кислорода в приповерхностных слоях может привести к формированию кислородных соединений, приводящих к изменению физико-механических свойств по сравнению с объёмными слоями.

5. Список литературы

- [1] А. Погребняк, Г. Ремнев, С. Чистяков, А. Лигачев, Модификация свойств металлов под действием мощных ионных пучков, *Известия вузов. Физика*, № 1, 52, 1987.
- [2] А. Кортаев, А. Тюменцев, Ю. Почивалов, С. Овчинников, Г. Ремнев, И. Исаков, Фазово-структурное состояние поверхностного слоя металлических мишеней при воздействии мощных ионных пучков, *Физика металлов и металловедение*, т. 81, № 5, 118, 1996.
- [3] В. Ковивчак, О. Кривоzubов, Н. Леонтьева, Е. Князев, Структурно-фазовые превращения в диоксиде олова под действием пучка наносекундной длительности, *Письма в журнал технической физики*, вып. 22, 1, 2013.
- [4] С.А. Гынгазов, И.П. Васильев, А.П. Суржиков, Т.С. Франгульян, А.В. Чернявский, Ионная обработка циркониевой керамики мощными импульсными пучками, *Журнал технической физики*, вып. 1, 132, 2015.
- [5] J. Isakov, V. Kolodii, M. Opekunov, V. Matvienko, S. Pechenkin, G. Remnev, and Yu. Usov, Sources of high power ion beams for technological applications, *Vacuum*, vol. 42, № ½, 159, 1991; doi: 10.1016/0042.207x(91)
- [6] G. Potemkin, O. Lepakova, V. Kitler, M. Zhidkov, M. Syrtanov, and A. Ligachtv, Phase transformations in nitrided ferrovandium under the action of a high power carbon ion eams, *Physics and Chemistry of Materials Treatment*, vol. 5, 11, 2020; doi: 10.30781/0015-3214-2020-5-11-23