

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ПОКРЫТИЯМИ ИЗ ТАНТАЛА

Гудимова Е.Ю.^{1,2}, Мейснер Л.Л.^{1,2}, Лотков А.И.¹, Остапенко М.Г.¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН, Томск, Россия;

²Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Томск, Россия

egu@ispms.tsc.ru

При использовании сплавов на основе никелида титана в сердечно-сосудистой хирургии необходимо повышение их рентгеноконтрастности, биосовместимости и коррозионной стойкости, а также сохранение материалом эффектов памяти формы или сверхэластичности [1]. Использование комбинированного подхода для модификации поверхности - осаждение тонкого рентгеноконтрастного покрытия с последующим облучением потоками электронов, которое приведет к легированию поверхностных слоев, позволит решить данную задачу. Однако энергетические воздействия могут привести к значительным изменениям структурно-фазовых состояний в модифицированной области, что негативно скажется на объемных функциональных свойствах материала. Поэтому целью работы является исследование влияния электронно-пучковых воздействий на структурно-фазовые состояния в поверхностных слоях сплавов на основе никелида титана с покрытиями из тантала.

Материал-основа - сплав на основе никелида титана (далее – TiNi), характеризующийся двухфазным состоянием из основной фазы со структурой B2 (ОЦК, упорядоченная по типу CsCl, параметр решётки $a_{B2}^0 = 3.0188 \pm 0.0005 \text{ \AA}$) и небольшого количества фазы Ti₂Ni (~ 5 об.%). Модификация поверхностных слоев проводилась в ИСЭ СО РАН (г. Томск). Магнетронное осаждение покрытий из тантала на поверхность образцов TiNi осуществляли при следующих режимах: ток катода (Ta) $I = 2,5 \text{ А}$, напряжение $U = 270 \text{ В}$, разность потенциалов между образцом и мишенью $U = 0 \text{ В}$. Рабочая камера перед осаждением покрытий была заполнена инертным газом (Ar) под давлением $P_{Ar} = 0,3 \text{ Па}$. Скорость роста осаждаемого слоя $v = 10 \text{ мкм/ч}$. Толщина покрытия составила 500 нм. Последующее воздействие на слоевую систему Ta/TiNi низкоэнергетическим ($U=15 \text{ кВ}$) сильноточным ($I=70 \text{ А}$) электронным пучком

(НСЭП) в условиях высокого вакуума ($\sim 10^{-6}$ Па) проводили при плотности энергии в пучке $E=20$ Дж/см², длительности импульса $\tau=150$ мкс и количестве импульсов $n=5$.

Исследования структурно-фазовых состояний проводили методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия; ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН, г. Томск) при комнатной температуре в Co-K_α излучении с использованием симметричных и асимметричных схем съемок с углами скользкого падения $\alpha=3^\circ, 6^\circ, 12^\circ$.

Ранее авторами работы были проведены исследования образцов Ta/TiNi [2]. Было получено, что в результате магнетронного осаждения формируются трехфазные покрытия, состоящие преимущественно из фазы β -Ta, объемная доля которой порядка 55 об.%, фазы α -Ta (~ 25 об.%) и аморфной фазы на основе Ta (~ 20 об.%). Установлено, что наличие покрытий не вносит существенных изменений в структурно-фазовые состояния материала-основы в слоях прилегающих к покрытию, о чем свидетельствует незначительное изменения параметра решетки фазы B2 (таблица 1), отсутствие смещения рефлексов относительно их положений в исходном образце (рисунок 1, а-б).

Анализ рентгенограмм образцов Ta/TiNi после НСЭП выявил наличие фазы α -Ta, объемная доля которой уменьшилась в 5 раз и составила ~ 5 об.%, а также отсутствие аморфной фазы и рефлексов фазы β -Ta. Установлено, что в результате модификации поверхности формируется мартенситная фаза B19' (рисунок 1, в). Согласно [3], сплавы $\text{Ni}_{50}\text{Ti}_{45}\text{Ta}_5$ обладают высокотемпературным эффектом памяти формы и, следовательно, при комнатной температуре должны находиться в мартенситном состоянии. Было обнаружено, что объемная доля фазы B19' увеличивается при уменьшении толщины анализируемого слоя (при уменьшении угла скольжения α), что свидетельствует о локализации мартенситной фазы непосредственно в поверхностной области образца. Таким образом, можно предположить, что после электронно-пучковых воздействий в образцах сформировался поверхностный трехкомпонентный сплав на основе TiNi, легированный Ta.

Установлено, что в результате электронно-пучковых воздействий размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) фазы α -Ta в поверхностных слоях не превышают 20 нм, а ОКР фазы B2, как и в исходном образце, >100 нм (таблица 1). Параметр решетки фазы B2, рассчитанный по симметричной схеме съемки (при максимальной толщине анализируемого слоя), уменьшился по отношению к значению, полученному в исходном образце (таблица 1). Величины микродеформации (ϵ^{II}) и связанные с ними микронапряжения (σ^{II}) 2-рода в фазе B2 малы ($\epsilon^{\text{II}}=0,003$, $\sigma^{\text{II}}= E/337$) и не могут быть причиной изменения параметра решетки. Таким образом, уменьшение

параметра решетки фазы B2 может быть обусловлено изменением химического состава в поверхностных слоях образцов, в результате легирование никелида титана за счет перемешивания покрытия и материала-основы.

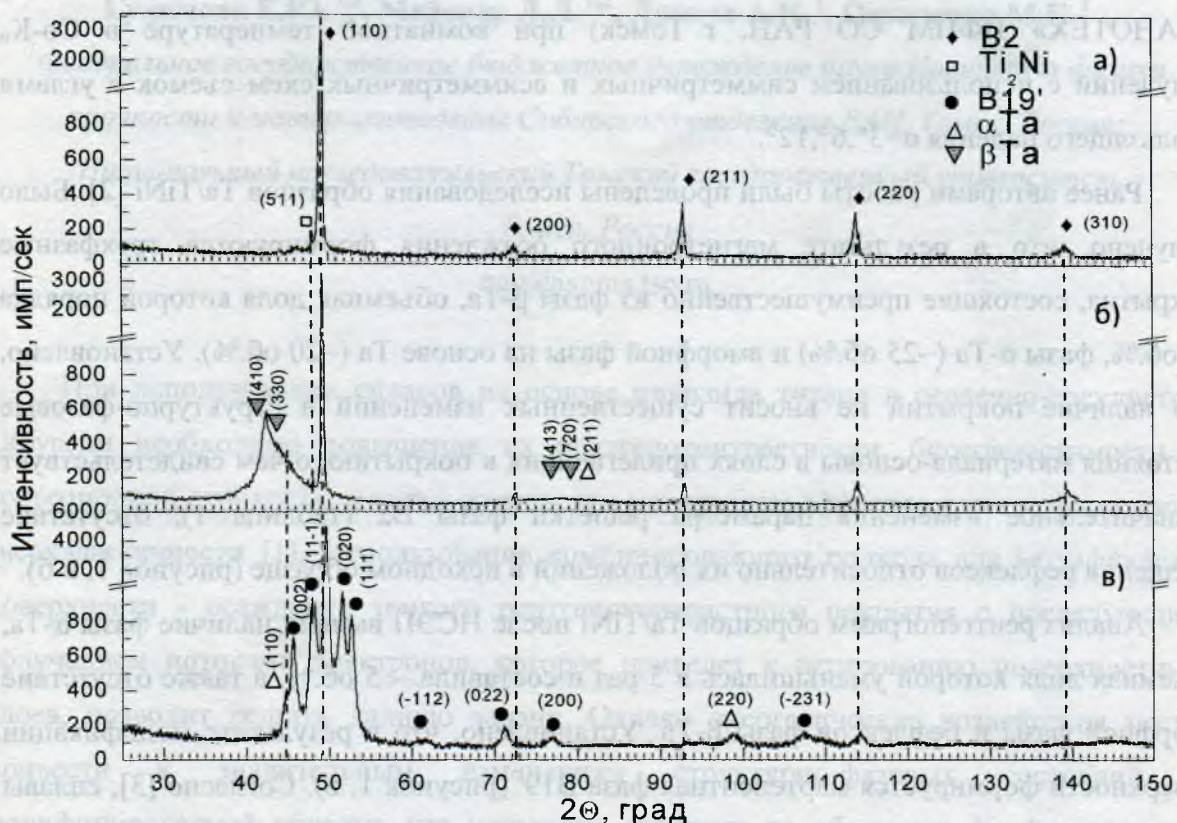


Рисунок 1. – Фрагменты рентгенограмм исходного образца (в), с покрытием из тантала Ta/TiNi (б) и после электронно-пучковой модификации системы Ta/TiNi (в), полученные по симметричной схеме съемок в Co-Kα излучении

Таблица 1. – Структурные параметры основных фаз в исходном образце и образцах до и после НСЭП

| | Параметр решетки a_{B2} Å | Объемная доля фаз, об.% | | | Область когерентного рассеяния (ОКР), нм | | |
|--------------|--------------------------------|-------------------------|------|------|--|------|------|
| | | B2 | α-Ta | β-Ta | B2 | α-Ta | β-Ta |
| TiNi | 3.0188 | ~95 | - | | >100 | - | |
| Ta/TiNi | 3.0165 | ~40 | | ~60 | >100 | | ~50 |
| Ta/TiNi+НСЭП | 3.0143 | ~40 | ~5 | | >100 | ~20 | |

Исследования структурно-фазовых состояний образцов с покрытиями из тантала (Ta/TiNi) проведены при финансовой поддержке СО РАН (проект № III.23.2.1), исследования образцов Ta/TiNi после электронно-пучковых воздействий выполнены в рамках гранта РФФИ (№ 14-08-31602_мол_а).

1. Ratner B.D., Hoffman A.S. Physicochemical surface modification of materials used in medicine, In: Biomaterials science: an introduction to materials in medicine. Edited by B.D. Ratner et al., 2-nd edition, Elsevier Academic Press, 2004, p. 201 – 218
2. Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Гудимова Е.Ю., Остапенко М.Г. // Вестник ТГУ. – 2013. - Т.18, Вып.4. – С. 1827-1828
3. Gong C.W., Wang Y.N., Yang D.Z. // Journal of Alloys and Compounds, - 2006. - 61-65 pp.