

Ионно-лучевая обработки внутренней поверхности отверстий из титана высокоинтенсивными пучками ионов алюминия

А.И. Рябчиков, Д.О. Сивин, А.И. Иванова, О.С. Корнева, Д.О. Вахрушев*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Российская Федерация

**sivin@tpu.ru*

Аннотация. В данной работе исследуется возможность модификации внутренней поверхности отверстий сфокусированными высокоинтенсивными пучками ионов металлов низкой энергии. Аксиально-симметричная система плазменно-иммерсионной экстракции и баллистической фокусировки обеспечивала формирование ионных пучков. Воздействие пучка ионов на внутреннюю поверхность осуществлялось в области дефокусировки пучка. В исследованиях рассматривалось воздействие пучка ионов алюминия со средней энергией 3 кэВ на внутреннюю поверхность трубы из титана ВТ1-0 диаметром 25 мм. Пучки формировались из плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда с частотой следования 40 кГц и длительностью импульсов 10 мкс. Установлено, что взаимное осаждение распыленного материала на противоположные стороны отверстия приводит к самокомпенсации ионного распыления в аксиально-симметричных отверстиях. Подавление ионного распыления приводит к увеличению толщины ионно-легированного слоя. В результате воздействия ионным пучком на внутреннюю поверхность трубы из титана были получены слои, включающие в себя кристаллиты алюминидов титана толщиной свыше 7.5 мкм с максимальной концентрацией алюминия более 25 ат.%. Воздействие высокоинтенсивного пучка ионов в зоне его дефокусировки приводит к неравномерному распределению легирующей примеси по длине отверстия. Имеет место и постепенное уменьшение глубины диффузии имплантируемых атомов по мере удаления от фокуса пучка.

Ключевые слова: высокоинтенсивной имплантации ионов, внутренняя поверхность отверстия, ионное распыление, алюминид титана.

1. Введение

Модификация свойств материалов и покрытий радиационными воздействиями различной природы находят применение в науке и технике [1–10]. Ионная имплантация находит широкое применение промышленном масштабе для ионного легирования полупроводниковых материалов. Применение ионной имплантации для модификации свойств металлов и покрытий ограничивается малым проективным пробегом ионов в веществе.

В последние годы коллективом Научной лаборатории высокоинтенсивной имплантации ионов Национального исследовательского Томского политехнического университета был предложен и апробирован метод имплантации с помощью импульсно-периодических высокоинтенсивных пучков ионов газов, металлов и полупроводников [11–14]. Развитие метода высокоинтенсивной имплантации ионов газов и металлов низкой энергии в различные материалы показало возможность формирования ионно-легированных слоев с толщинами в десятки и сотни микрометров [12–14].

Известно, что в технологиях ионно-плазменной обработки деталей сложной формы особую проблему представляет модификация свойств и структуры внутренней поверхности отверстий. Даже плазменно-иммерсионная ионная имплантация [4], обеспечивающая однородное ионное легирование деталей сложной формы, не позволяет реализовать однородное модифицирование внутренних поверхностей протяженных отверстий.

В данной работе впервые исследуются закономерности и особенности модификации внутренних поверхностей отверстий в титане сфокусированными высокоинтенсивными пучками ионов алюминия низкой энергии.

2. Экспериментальная установка и методы исследования

Исследования по ионной имплантации азота во внутренние поверхности отверстий проводились на комплексной технологической установке для ионно-лучевой и ионно-плазменной обработки материалов, общая схема которой представлена на Рис.1.

В качестве генератора металлической плазмы использовался непрерывный вакуумно-дуговой источник, оснащенный алюминиевым катодом. В экспериментах плазменный источник функционировал при токе разряда 130 А.

Принцип работы системы формирования импульсно-периодических высокоинтенсивных пучков ионов газов основан на экстракции ионов со свободной плазменной границы, с использованием сеточного электрода, и последующей их баллистической фокусировке в эквипотенциальном пространстве дрейфа [11, 12]. Сеточный электрод, выполнен в виде части сферы радиусом 120 мм с размером ячейки $0.5 \times 0.5 \text{ мм}^2$ и прозрачностью около 50%. Именно выполнение сеточного электрода в форме поверхности второго порядка, позволяет выполнять баллистическую фокусировку потока ускоренных ионов. Система формирования высокоинтенсивных пучков устанавливалась на расстоянии 390 мм от выхода источника плазмы.

В данной работе для удаления макрочастиц вакуумно-дугового разряда использовалась система типа «солнечное затмение» [11]. На пути плазменного потока устанавливался дисковый электрод, препятствующий прямому пролету макрочастиц. Ускорение ионов в электрическом поле слоя разделения зарядов и их баллистическая фокусировка приводят к пространственному разделению потока ионов и макрочастиц при достижении плоскости фокуса.

Для исследования особенностей и закономерностей высокоинтенсивной имплантации ионов алюминия во внутреннюю поверхность отверстий использовался специальный держатель образцов в виде полого шестигранного цилиндра, представленного на Рис.2.

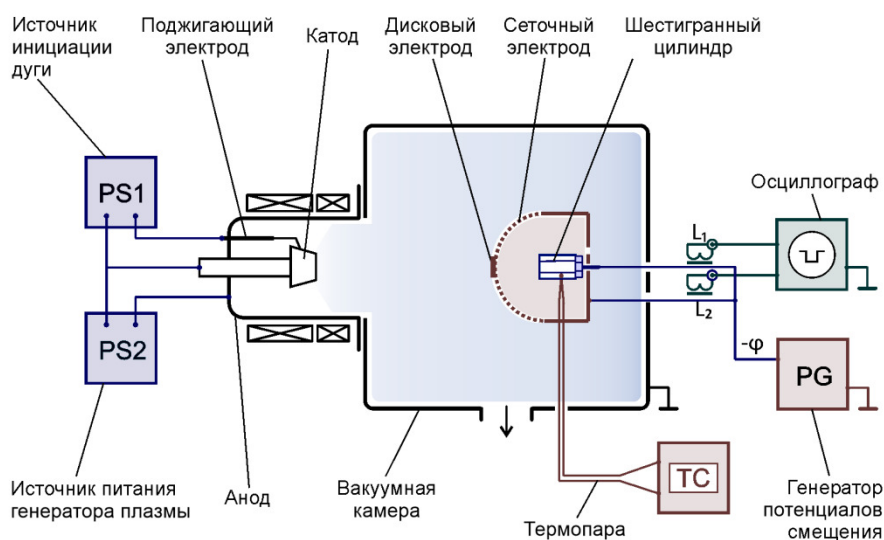


Рис.1. Схема экспериментальной установки.

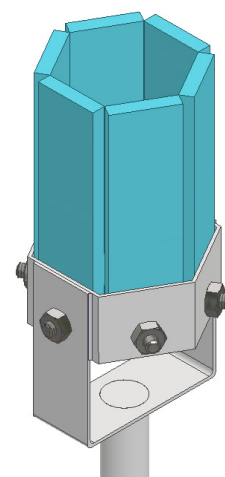


Рис.2. Схема шестигранного цилиндра для моделирования отверстия.

Радиус внутреннего отверстия составлял примерно 25 мм. Особенность конструкции данного держателя заключалась в том, что помимо сменных стенок шестигранного цилиндра система была оснащена съемным дном. Это позволило смоделировать как сквозное отверстие длиной 55 мм, так и при наличии дна провести ионную обработку внутренней

поверхности стакана с глубиной 45 мм. Шестигранный цилиндр устанавливался таким образом, что фокус пучка находился на рассеянии 130 мм от сеточного электрода. В качестве образцов-граней использовались пластины из титана марки BT1-0 с размерами 55×13×3 мм³.

Во всех исследованиях формирование сфокусированного пучка ионов алюминия осуществлялось с помощью импульсно-периодического потенциала смещения с амплитудой импульсов отрицательного потенциала смещения 1.4 кВ, частоте импульсов потенциалов смещения 40 кГц и длительности импульсов 10 мкс. Стационарная температура образцов в процессе ионной обработки устанавливалась в течение примерно 10 мин и составляла 810±15 °С. Полное время обработки во всех экспериментах составляло 60 мин.

Анализ элементного состава модифицированного приповерхностного слоя и распределения примеси алюминия по глубине в поперечных шлифах образцов осуществлялся рентгеноспектральным методом с энергодисперсионной приставкой «Bruker XFlash 4010» к электронному микроскопу «Hitachi S-3400 N». Концентрационные профили были получены на различных расстояниях от входа шестигранного цилиндра до максимальной глубины исследуемого отверстия 40 мм с шагом 10 мм. Исследование фазовой структуры проводили на рентгеновском дифрактометре «Shimadzu XRD 6000» в CuK α -излучении.

3. Результаты и обсуждение

На первом этапе исследовалась высокоинтенсивная имплантация ионов алюминия в условиях значительного ионного распыления поверхности образца из титана. Эксперименты проводились с использованием только двух элементов шестигранного цилиндра. В этом случае из-за малого угла падения ионов на поверхности мишени ионное распыление было значительным, а возможность компенсации ионного распыления за счет осаждения продуктов распыления с других элементов исключалась. Высокоинтенсивная ионная имплантация алюминия осуществлялась в течение 60 мин высокоинтенсивным импульсно-периодическим ионным пучком со средней энергией 2.3 кэВ при длительности импульсов 10 мкс и частоте 40 кГц. Распределение примеси по глубине, представленное на Рис.3, показало отсутствие существенной концентрации примеси алюминия в приповерхностном слое мишени, которая в максимуме не превышала 7 ат.%. Таким образом, в отличие от вариантов нормальной имплантации ионов, исследованной в работах [13, 14] увеличение ионного распыления поверхности за счет изменения угла падения ионов привело к значительному уменьшению толщины легированного слоя. Этот результат со всей очевидностью доказывает влияние ионного распыления на формирование ионно-легированного слоя в условиях высокоинтенсивной имплантации ионов.

На втором этапе исследовалась высокоинтенсивная имплантация ионов в шестигранный замкнутую систему, моделирующую отверстие. Предполагалось, что аксиально-симметричная система должна существенно уменьшить ионное распыление облучаемой поверхности за счет компенсации распыления осаждением продуктов распыления с других частей цилиндра, тем самым улучшив условия диффузионного насыщения имплантируемой поверхности титановой трубы алюминием. На Рис. 4 представлены распределения примеси алюминия в приповерхностном слое внутренней поверхности титановой трубы длиной 45 мм и радиусом 25 мм и в приповерхностном слое стакана с дополнительно установленным титановым дном. Можно отметить, что в обоих случаях наблюдается некоторый максимум распределения концентрации примеси алюминия, который находится на расстоянии примерно 1 см от входа отверстия. При этом максимальная глубина проникновения примеси достигает примерно 7.5 мкм, а максимальная концентрация составляет примерно 25 ат.%.

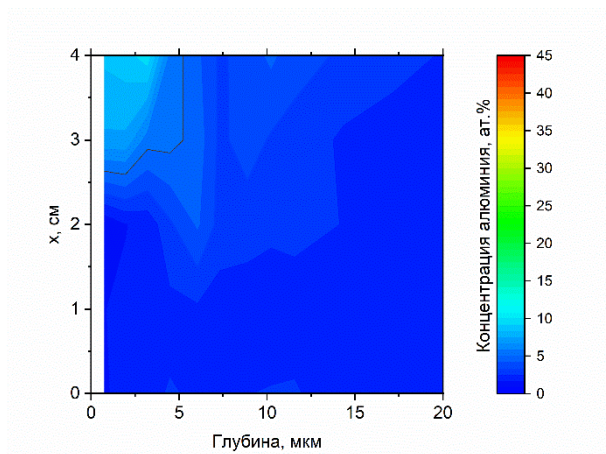


Рис.3. Распределение концентрации алюминия по глубине в мишени из титана BT1-0 для случая облучения только двух пластин шестигранного цилиндра высокоинтенсивным пучком ионов со средней энергией 2.3 кэВ при длительности импульсов 10 мкс и частоте 40 кГц.

Для всех вариантов моделируемого отверстия характерно то, что модифицированный слой наблюдается на всей его длине. Но есть отличия, которые заключаются в том, что при обработке стакана вблизи его дна (Рис.4б) наблюдается более легированный слой с значительно большей концентрации алюминия (до 25 ат.%), чем в случае облучения сквозного отверстия (Рис.4а) при аналогичных условиях, где вблизи выхода наблюдается снижение концентрации алюминия примерно до 10 ат.%. Это связано с наличием дополнительной компенсации ионного распыления стенок обрабатываемого отверстия за счет осаждения материала с поверхности установленного дна стакана при распылении ионным пучком. В целом вариант обработки стакана демонстрирует более равномерное распределение примеси по всей длине обрабатываемой поверхности.

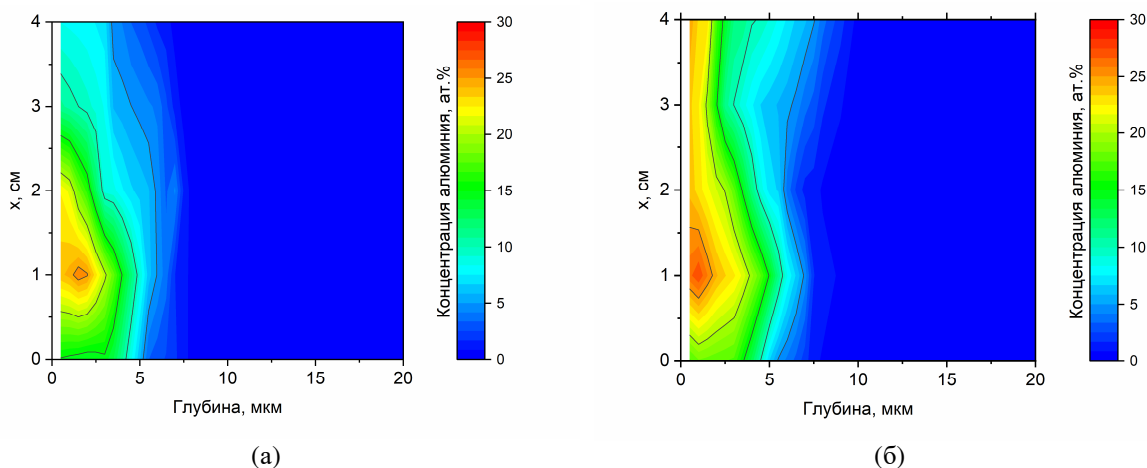


Рис.4. Распределение концентрации алюминия по глубине легированного слоя для случая облучения сквозного шестигранного цилиндра (а) и шестигранного стакана (б) высокоинтенсивным пучком ионов со средней энергией 2.3 кэВ при длительности импульсов 10 мкс и частоте 40 кГц.

Можно отметить, что в процессе высокоинтенсивной ионной имплантации имеют место несколько конкурирующих процессов. Как показано в работе [13, 14] на глубокое ионное легирование оказывает плотность ионного тока, оказывающая влияние на эффективность радиационно-стимулированной диффузии. Конкурирующим процессом выступает ионное распыление. В эксперименте с частью отверстия распыление поверхностного слоя

существенно превышало толщину ионно-модифицированного слоя. В случае же экспериментов с полным отверстием при обработке в тех же режимах реализуется формирование ионно-легированного слоя со значительной толщиной, что подтверждает существенное влияние самокомпенсации ионного распыления в аксиально-симметричных отверстиях.

На полученных мишенях были выполнены структурно-фазовые исследования ионно-легированных слоев в области максимальной глубины проникновения примеси алюминия в титан, то есть в области длинной примерно 2 см, центр которой расположен на расстоянии 1 см от входа шестигранного цилиндра. Анализ рентген-дифракционного спектра показал спектральные линии характерные для интерметаллидного соединения $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$, а так же линии $\alpha\text{-Ti}$ с параметрами решетки $a = 0.29593$ нм и $c = 0.47100$ нм. Оценка относительного количества сформированных фаз в приповерхностном слое модифицированного титана показала следующие соотношения фаз: $\alpha\text{-Ti}$ – 55 мас.%, $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ – 45 мас.%. Можно отметить, что характерное уменьшение параметров кристаллической решетки указывает на наличие твердого раствора алюминия в титане.

4. Заключение

В данной работе показана возможность модификации внутренней поверхности глубоких отверстий сфокусированными высокоинтенсивными пучками ионов низкой энергии. Воздействие пучка ионов осуществлялось за счет установки образца с отверстием вблизи фокуса системы формирования пучков в области дефокусировки пучка.

Исследована высокоинтенсивная имплантация ионов алюминия высокоинтенсивным пучком ионов со средней энергией 2.3 кэВ при длительности импульсов 10 мкс и частоте 40 кГц в течение 60 мин при температуре 810 °С. Установлено, что взаимное осаждение распыленного материала на противоположные стороны отверстия приводит к самокомпенсации ионного распыления в аксиально-симметричных отверстиях. В результате воздействия ионным пучком на внутреннюю поверхность трубы из титана были получены слои, включающие в себя кристаллиты алюминидов титана толщиной до 7.5 мкм с максимальной концентрацией алюминия более 25 ат.%.

Воздействие высокоинтенсивного пучка ионов в зоне его десфокусировки приводит к неравномерному распределению легирующей примеси по длине отверстия. Имеет место и постепенное уменьшение глубины диффузии имплантируемых атомов по мере удаления от фокуса пучка. Рассмотрены некоторые особенности обработки внутренней поверхности сквозного и закрытого с одной стороны отверстия.

Благодарности

Работа выполнена в рамках базовой части государственного задания Министерство науки и высшего образования Российской Федерации (19.0045.ГЗБ.2020).

5. Список литературы

- [1] Williams J.S. and Poate J.M., *Ion Implantation and Beam Processing*. (Orlando, Academic, 1984).
- [2] Poate J.M., Foti G. and Jacobson D.C. *Surface Modification and Alloying by Laser, Ion, and Electron Beams*. (Berlin, Germany: Springer, 2013).
- [3] Kozlov E.V., et al., *Surf. Coat. Technol.*, **158–159**, 343, 2002; doi: 10.1016/S0257-8972(02)00275-X
- [4] Anders A., *Handbook of Plasma Immersion Implantation and Deposition*. (NY, Wiley, 2000).
- [5] Shulov V.A., et al., *Inorganic Mater., Appl. Res.*, **4**(3), 189, 2013; doi: 10.1134/S2075113313030118

- [6] Dong C. *et al*, *Surf. Coat. Technol.*, **163**, 620, 2003; doi: 10.1016/S0257-8972(02)00657-6
- [7] Rej D.J., Davis H.A., Olson J.C., *J. Vac. Sci. Technol. A, Vac., Surf., Films*, **15**(3), 1089, 1997; doi: 10.1116/1.580435
- [8] Ryabchikov A.I., et al., *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **213**, 364, 2004; doi: 10.1016/S0168-583X(03)01592-1
- [9] Liu Y., et al., *J. Manuf. Process*, **66**, 341, 2021; doi: 10.1016/j.jmapro.2021.03.061
- [10] Nikonenko A.V., et al., *Vacuum*, **189**, 110230, 2021; doi: 10.1016/j.vacuum.2021.110230
- [11] Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V., Sivin D.O. and Shevelev A.E., *Vacuum*, **143**, 447, 2017; doi: 10.1016/j.vacuum.2017.03.011
- [12] Ryabchikov A. I., Sivin D. O., Dektyarev S. V., Shevelev A. E., *Nucl. Instrum. Meth. A*, **953**, 163092, 2020; doi: 10.1016/j.nima.2019.163092
- [13] Ryabchikov A.I., et al., *Surf. Coat. Technol.*, **391**, 125722, 2020; doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125722
- [14] Ryabchikov A., et al., *Surf. Coat. Technol.*, **355**, 129, 2018; doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.02.110