

ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПОД ДЕЙСТВИЕМ ИМПУЛЬСНЫХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ*

Мейснер Л.Л.^{1,2}, д.ф.-м.н., профессор, главный научный сотрудник

лаборатории материаловедения сплавов с памятью формы (artifakt@ispsms.tsc.ru)

Остапенко М.Г.^{1,3}, к.ф.-м.н., младший научный сотрудник лаборатории

материаловедения сплавов с памятью формы

Лотков А.И.¹, д.ф.-м.н., зам. директора по научной работе

Гудимова Е.Ю.¹, аспирант

Нейман А.А.¹, к.т.н., младший научный сотрудник лаборатории материаловедения сплавов с памятью формы

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

(634021, Россия, г. Томск, просп. Академический, 2/4)

² Национальный исследовательский Томский государственный университет

(634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36)

³ Национальный исследовательский Томский политехнический университет

(634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30)

Аннотация. Проведено исследование влияния импульсных электронно-пучковых воздействий с различной плотностью энергии в пучке на изменение структурно-фазовых состояний в поверхностных слоях никелида титана. Выявлено, что после облучения образцов никелида титана TiNi импульсными низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками кроме дифракционных рефлексов от фазы B2 на дифрактограммах наблюдаются дополнительные рефлексы, соответствующие мартенситной фазе B19' никелида титана и при увеличении плотности энергии в пучке от 15 до 30 Дж/см² содержание последней увеличивается примерно от 5 до 80 % (по объему). Обнаружено, что в поверхностном (расплавляемом на глубину примерно до 10 мкм) слое образцов происходит растворение фазы Ti₂Ni, которое приводит к изменению концентрации титана и никеля. Сформированная в этом модифицированном слое основная фаза обогащена титаном по сравнению с его исходным содержанием в фазе B2 (до облучения). Выявлено, что в поверхностных слоях образцов никелида титана TiNi, обработанных импульсными электронными пучками с меньшими (15 и 20 Дж/см²) значениями плотности энергии в пучке, формирования фазы B19' не происходит, а в образцах, обработанных импульсными электронными пучками с большей (30 Дж/см²) плотностью энергии в пучке, поверхностный слой на всю глубину проникновения рентгеновского пучка находится в мартенситном состоянии.

Ключевые слова: никелид титана, поверхностный модифицированный слой, электронно-пучковые воздействия, структурно-фазовые состояния, мартенситная фаза B19'.

В настоящее время наблюдается устойчивый интерес к использованию энергетических воздействий потоками ионов, электронов или плазмы как к средству прецизионного изменения структуры и свойств поверхности и поверхностных слоев металлических материалов [1 – 3]. Все большее распространение получает использование импульсных воздействий электронными пучками для модификации поверхности и поверхностных свойств металлов, сталей и сплавов [4 – 6]. Короткодействующий электронный импульс с высокой плотностью энергии индуцирует динамически изменяющиеся температурные поля в поверхностных слоях,

обеспечивая сверхбыстрый нагрев, который может привести сначала к плавлению кристаллических фаз в этих слоях, а затем к быстрому затвердеванию и охлаждению поверхности твердого тела. В результате не только в областях прямого воздействия электронным пучком и переплава, но и в нижележащих слоях обрабатываемых материалов возможно формирование неравновесных структурно-фазовых состояний. Считается, что именно такие структурные состояния отвечают за изменение физико-химических и механических свойств материалов на поверхности и приводят к улучшению этих свойств, которого невозможно достичь обычными поверхностными обработками [7 – 10].

Очевидно, что после обработки импульсными электронными пучками поверхностные свойства сплава будут определяться финишным структурно-фазовым состоянием его поверхностного слоя. Предшествующие исследования показали, например, что финишная микроструктура на поверхности и свойства обработанных электронными пучками материалов напрямую зависят от параметров обработки (таких как энергия пучка,

* Исследования проведены в рамках Госбюджетных проектов № III.23.2.1, Государственного контракта № 16.522-11-2019 и при финансовой поддержке стипендиального фонда Президента РФ (СП-236.2012.4).

Авторы благодарят заведующего лабораторией плазменной эмиссионной электроники ИСЭ СО РАН профессора Н.Н. Ковалева за организацию работ по электронно-пучковой обработке образцов и ведущего электроника А.Д. Тересова за проведение электронно-пучковых обработок.

длительность и число импульсов [10]). Чтобы достичь лучших свойств материала, требуется выбор энергетических параметров облучения, а также использование многоимпульсных режимов обработки электронным пучком. Однако эволюция структурных состояний, формирующихся в поверхностном слое обрабатываемого сплава, их изменение в зависимости от параметров обработки импульсными электронными пучками мало изучены и поэтому не представляются достаточно ясными.

Целью работы являлось исследование влияния импульсных электронно-пучковых воздействий с различной плотностью энергии в пучке на изменение структурно-фазовых состояний в поверхностных слоях никелида титана.

Для исследований в электродуговой печи был выплавлен (с шестикратным переплавом слитка) сплав из иодидного титана и никеля марки НО, взятых в эквимолярном соотношении. Слиток гомогенизировали при температуре $T = 1273$ К в течение 6 ч и затем охлаждали с печью. Приготовленные из слитка методом электроэрозионной резки образцы размерами $15 \times 15 \times 1$ мм после химической очистки поверхности подвергали заключительной термической обработке – отжигу при температуре 1073 К в течение 1 ч и последующему охлаждению в печи. После этого образцы электролитически полировали. В результате, при комнатной температуре исходные образцы сплава (образцы TiNi) характеризовались двухфазным состоянием: основная фаза со структурой В2 (ОЦК, упорядоченная по типу CsCl, температура M_n начала прямого мартенситного превращения $B2 \rightarrow B19'$ составляла 283 К, параметр решетки $a_{B2}^0 = 3,0132 \pm 0,0005$ Å соответствовал составу $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$) и небольшого количества (менее 5 % (по объему)) фазы Ti_2Ni .

Электронно-пучковую обработку поверхности образцов никелида титана проводили с использованием импульсного (длительность τ одного импульса составляла 150 мкс) облучения низкоэнергетическим сильноточным ($I = 70$ А) электронным пучком (НСЭП) в режиме поверхностного плавления в условиях высокого (примерно 10^{-6} Па) вакуума с безмасляной откачкой. Образцы подвергали пятикратному импульсному воздействию с постоянной плотностью энергии в пучке электронов (E). Для исследований было подготовлено три группы образцов, электронно-пучковые обработки которых проводили при плотности энергии в пучке электронов 15, 20 и 30 Дж/см².

Рентгеноструктурные исследования до и после электронно-пучковых воздействий проводили при комнатной температуре на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия, ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН, г. Томск) в $Co-K_{\alpha}$ -излучении (для отсеечения β -излучения использовали Fe-фильтр) и на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 (Shimadzu, Japan, ТМЦКП ТГУ, г. Томск) в $Cu-K_{\alpha}$ -излучении (для отсеечения β -из-

лучения использовали монохроматор). Для анализа фазового состава, структуры в поверхностных и более глубоких слоях использовали симметричные (Брэгга-Брентано) и асимметричные схемы съемок. Условия съемок, в том числе выбор длин волн рентгеновского излучения, β -фильтров, углов скольжения для образцов из никелида титана подробно описаны в работах [11, 12]. Считали, что результаты, полученные из дифрактограмм с симметричной схемой съемок, характеризуют структуру материала образца в объеме, а результаты, полученные из дифрактограмм с асимметричной схемой съемок, характеризуют структуру слоя, толщина которого соответствовала выбранному углу скольжения α (угол между плоскостью поверхности образца и направлением первичного падающего рентгеновского пучка). Съемки рентгенограмм проводили в диапазоне углов скольжения от 3 до 12°.

Микроструктуру приповерхностных слоев образцов никелида титана TiNi до и после электронно-пучкового воздействия исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEM 2100 (JEOL, Япония) (ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН) при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Параметр решетки a_{B2} фазы В2 никелида титана определяли прецизионным методом [13] с построением экстраполяционных зависимостей a_{B2}^{hkl} от функции $f(\theta) = \frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$ и точностью измерения $\Delta a = \pm 0,0005$ Å.

Сравнение рентгеновских дифракционных картин, полученных при использовании симметричной схемы съемок, от образцов никелида титана TiNi до (рис. 1, а) и после (рис. 1, б – в) электронно-пучковых обработок показало, что после облучения кроме дифракционных рефлексов от фазы В2 на дифрактограммах наблюдаются дополнительные рефлексы, соответствующие мартенситной фазе В19' никелида титана (моноклинная структура, пространственная группа $P2_1/m$). Приближенная оценка объемной доли мартенситной фазы по суммарной интенсивности рефлексов, принадлежащих фазам В2 и В19', выявила, что при увеличении плотности энергии в пучке от 15 до 30 Дж/см² содержание фазы В19' увеличивается примерно от 5 до 80 % (по объему).

Анализ структуры модифицированного слоя, проведенный с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), показал, что, действительно, на светлопольных электронномикроскопических изображениях микроструктуры образцов после электронно-пучкового воздействия в поверхностном слое наблюдается фаза В2, а частицы фазы Ti_2Ni обнаруживаются на некотором удалении от поверхности и практически отсутствуют в приповерхностном слое (рис. 2). Согласно данным ПЭМ, толщина поверхностного модифицированного слоя, сформированного в результате

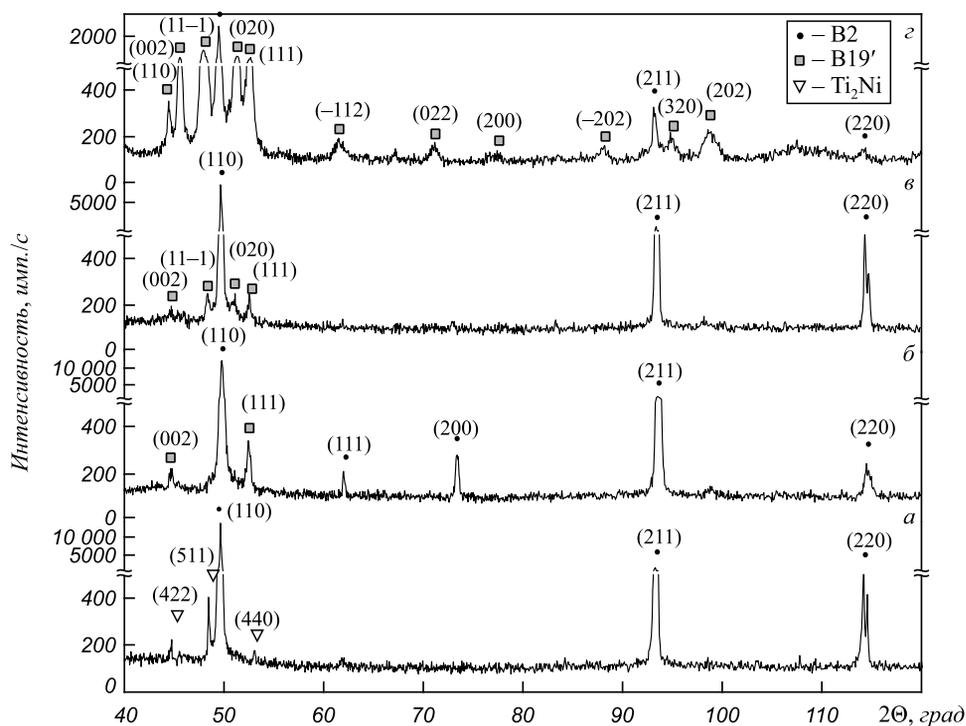


Рис. 1. Фрагменты рентгенограмм, полученных от исходного образца никелида титана TiNi (а) и образцов после электронно-пучковой обработки при плотности энергии в пучке 15 Дж/см² (б), 20 Дж/см² (в) и 30 Дж/см² (з) (схема съемок по Брэггу-Брентано (симметричная), Co-K_α-излучение)

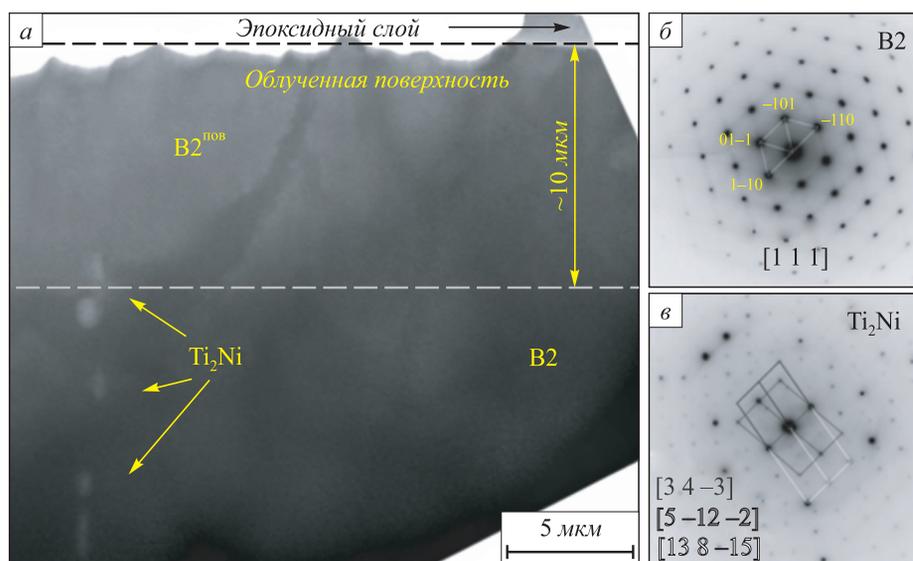


Рис. 2. Светлопольное электронномикроскопическое изображение (а) микроструктуры приповерхностного слоя образца никелида титана TiNi после воздействия электронным пучком при 15 Дж/см² и картины микродифракции, полученные от фаз B2 (б) и Ti₂Ni (в)

кристаллизации расплавленного электронным пучком поверхностного слоя, составила 8 – 10 мкм.

Результаты рентгеновских исследований, полученные по симметричной схеме съемок, т.е. при максимальной глубине проникновения рентгеновских лучей в материал, характеризуют структурно-фазовые состояния в приповерхностных слоях материалов толщиной 20 – 40 мкм. Можно предположить, что толщина слоя, в котором наблюдается мартенситная фаза B19', превышает толщину наружного, модифицированного элек-

тронным пучком слоя. На дифракционных картинах, полученных при использовании асимметричных схем съемок, от образцов, облученных при плотности энергии в пучке 15 и 20 Дж/см², обнаружено, что с уменьшением угла скольжения (то есть с уменьшением толщины анализируемого слоя) интенсивность рефлексов фазы B19' понижается и при минимальном угле скольжения $\alpha = 3^\circ$ близка к нулю. Это означает, что в модифицированном слое мартенситной фазы нет. Однако на рентгеновских дифракционных картинах для образцов,

обработанных электронным пучком при плотности энергии в пучке электронов 30 Дж/см², полученных как по симметричной, так и по асимметричной схемам съемок, наблюдаются преимущественно рефлексы фазы В19', а рефлексы фазы В2 практически отсутствуют. В результате использования режима при $E_3 = 30$ Дж/см² поверхностный слой на всю глубину проникновения рентгеновского пучка находится в мартенситном состоянии.

Выявлено, что на рентгенограммах, полученных по асимметричным схемам съемок для образцов после облучения с плотностью энергии в пучке электронов 15 и 20 Дж/см², вблизи всех основных рефлексов фазы В2 со стороны меньших углов наблюдаются дополнительные рефлексы, угловое положение данных рефлексов обозначено $2\theta_2$ (рис. 3, e – ж). При уменьшении угла скольжения интенсивность «малоугловых» рефлексов увеличивается. Наличие дополнительных рефлексов

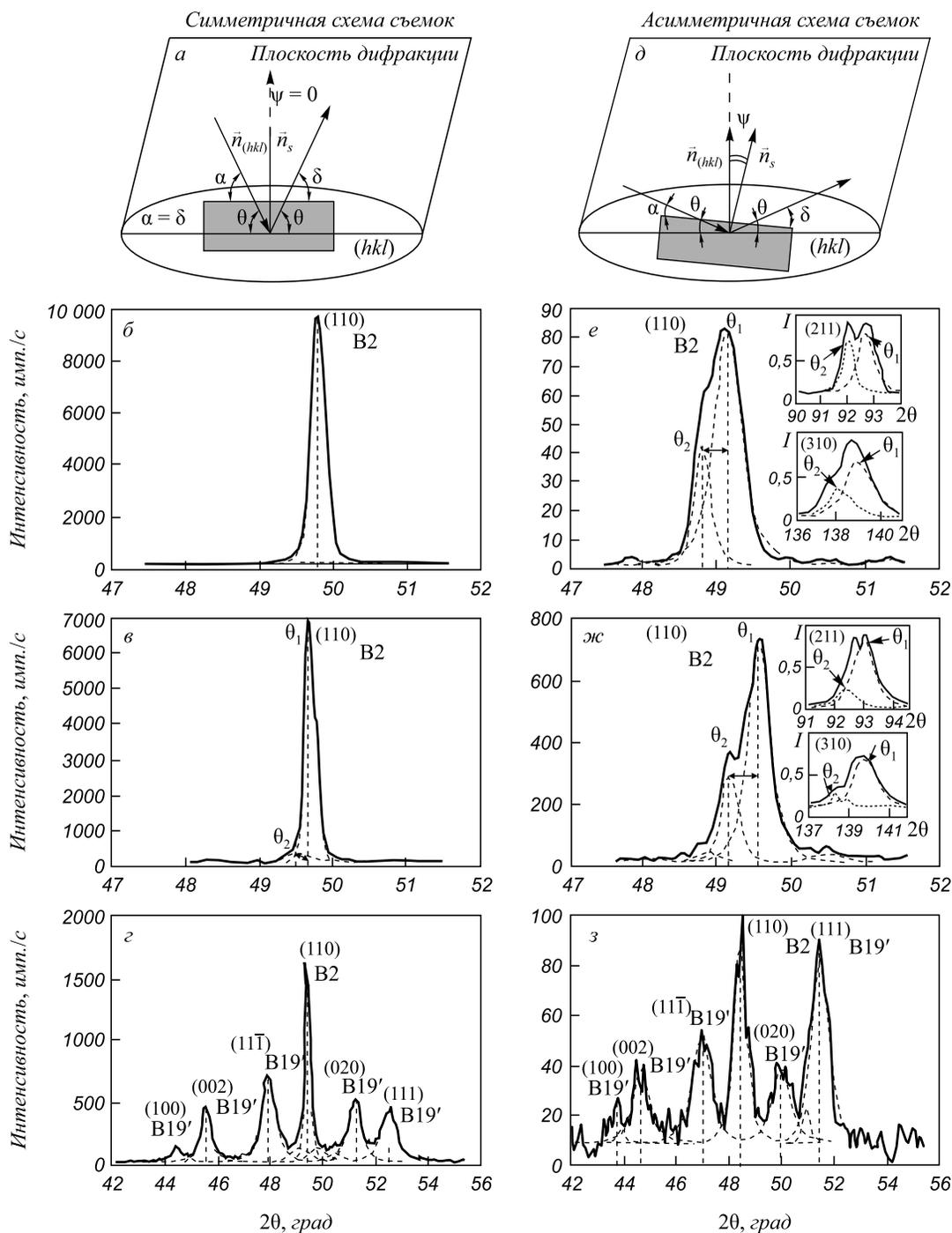


Рис. 3. Геометрические схемы взаимного расположения образца, падающего и отраженного рентгеновских лучей для симметричной (а) и асимметричной (д) схем рентгеновских съемок, а также картины рентгеновской дифракции от образцов никелида титана TiNi после электронно-пучковых обработок при плотности энергии в пучке 15 Дж/см² (б, е), 20 Дж/см² (в, ж) и 30 Дж/см² (з, и), полученные по симметричным (а – з) и асимметричным (д – и) схемам съемок с углом скольжения 3° (Co-K_α-излучение)

только вблизи рефлексов фазы В2 (угловое положение этих рефлексов обозначено θ_1 на рис. 3) при изменении толщины анализируемого слоя и отсутствие новых рефлексов (кроме тех, которые относятся к фазе В19') позволяет сделать заключение, что наблюдаемая дифракционная картина – это суперпозиция дифракционных картин от поверхностного модифицированного слоя и прилежащего к нему слоя, который не был расплавлен электронным пучком. При этом «малоугловые» рефлексы принадлежат новой фазе В2^{нов}, сохранившей структурный тип материнской высокотемпературной фазы В2, а «большеугловые» рефлексы характеризуют фазу В2 в более глубоком слое, соответствующем структурному состоянию этой фазы во внутренних объемах образца. Обнаружено, что разность между максимумами разделенных рефлексов $\delta 2\theta^{as} = 2\theta_2 - 2\theta_1$ растет при увеличении плотности энергии в пучке. Так, величина $\delta 2\theta^{as}$ для образцов, обработанных электронным пучком при $E_1 = 15$ Дж/см² и $E_2 = 20$ Дж/см² составила 0,3 и 0,4° соответственно. Увеличение значения δ может свидетельствовать об изменении концентрации титана и никеля в модифицированном поверхностном слое и, соответственно, изменении параметров решетки фазы В2^{нов}. Описанный эффект не удалось выявить на дифрактограммах образцов, облученных при плотности энергии в пучке 30 Дж/см², поскольку, как отмечено выше, в поверхностном слое таких образцов (рис. 3, з, з) объемная доля фазы В2 составила менее 10 %.

В настоящей работе для образцов никелида титана TiNi, обработанных при E_2 (рис. 4, а) и E_1 (рис. 4, б), по положениям максимумов разделенных рефлексов $2\theta_1$ (кривая 2) и $2\theta_2$ (кривая 3) были построены экстраполяционные графики зависимости параметров решеток

фаз В2 и В2^{нов} от функции $f\left(\frac{\cos^2\theta + \cos^2\theta}{\sin\theta + \theta}\right)$. Как вид-

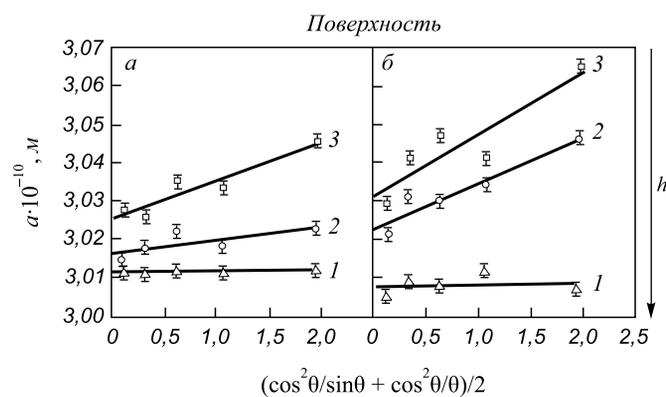


Рис. 4. Зависимости параметра решетки $a_{B2} = f\left(\frac{\cos^2\theta + \cos^2\theta}{\sin\theta + \theta}\right)$ фаз В2 (1, 2) и В2^{нов} (3) в образцах никелида титана TiNi после электронно-пучковой обработки при плотности энергии в пучке 20 Дж/см² (а) и 15 Дж/см² (б), полученные по симметричной (1) и асимметричной (2, 3) схемам съемок с углом скольжения 3°

но из рисунков, общим для этих образцов является то, что экспериментальные значения параметра решетки a_{B2} и $a_{B2}^{нов}$ ложатся на экстраполяционные прямые, и в поверхностном модифицированном слое, который характеризуется новой фазой В2^{нов} (кривая 3), параметры решеток достигают максимальных значений. Так, для образцов, облученных при $E_1 = 15$ Дж/см², параметр $a_{B2}^{нов}$ решетки составил $3,0316 \pm 0,0005$ Å, что значительно превышает значения этого параметра для образцов, облученных при $E_2 = 20$ Дж/см² ($a_{B2}^{нов} = 3,0252 \pm 0,0005$ Å). При увеличении толщины анализируемого слоя параметры решеток (кривая 2) стремятся к значению параметра фазы В2, полученному по симметричной схеме съемок (кривая 1), которое не превышает величину параметра решетки для исходного образца ($a_{B2}^0 = 3,0140 \pm 0,0005$ Å).

Известно, что на изменение параметра решетки в исследуемых образцах могут оказывать влияние два основных фактора: наличие остаточных напряжений, возникающих в результате электронно-пучковых воздействий, и изменение концентрации титана и никеля в модифицированном поверхностном слое за счет растворения вторичной фазы Ti₂Ni.

Наличие первого фактора детально обсуждалось ранее в работах [11, 12]. Согласно полученным данным, в результате электронно-пучковой обработки при плотности энергии 20 Дж/см² на поверхности образцов никелида титана TiNi образуется модифицированный слой, который можно рассматривать как концентратор внутренних напряжений, градиентно изменяющихся не только внутри этого слоя, но и уходящих в более глубокие слои материала образца. Максимальная ($\sigma \approx 500$ МПа) величина остаточных напряжений наблюдается в поверхностном слое, тогда как в нижележащем слое с исходной структурой В2 материала величина σ не превышает 100 МПа.

Влияние второго фактора (изменения концентрации титана и никеля в фазе В2 вблизи модифицированной поверхности) изучали по изменению параметров решеток фаз В2 и В2^{нов} по глубине h анализируемого слоя (изменении геометрии съемок) для образцов, обработанных при плотности энергии в пучке электронов E_1 и E_2 . Сравнение полученных значений параметров решетки фазы В2 в сплавах на основе никелида титана двойных составов [14] показало, что в исследуемых образцах вблизи поверхности параметр решетки фазы В2^{нов} соответствует фазе В2, обогащенной титаном по сравнению с его исходным содержанием в фазе В2 до облучения [14]. При увеличении толщины анализируемого слоя наблюдается уменьшение значения a_{B2} до $3,0120$ Å, что соответствует значениям a_{B2} для фазы В2, в которой концентрация атомов титана соответствует исходной 49,5 % (ат).

Итак, как уже отмечалось, обогащение титаном в области гомогенности фазы В2 должно приводить к

существенному сдвигу температурных интервалов прямого и обратного мартенситных превращений в диапазон температур на 30 – 50 °С выше комнатной температуры [15]. Это, в свою очередь, означает, что как в самом модифицированном слое, так и в прилегающем к нему слое при комнатной температуре должно наблюдаться если не 100 %, то достаточно большое количество мартенситной фазы со структурой В19'. Однако в приповерхностной области образцов, обработанных с меньшей плотностью энергии, фазы В19' практически не наблюдается. Это может быть обусловлено наличием значительных упругих напряжений, индуцированных электронно-пучковой обработкой. Увеличение плотности энергии в пучке должно приводить к большему разогреву образца и более медленному его охлаждению. В свою очередь это может оказать влияние на структурно-фазовые состояния в поверхностном слое образца после его облучения и, по аналогии с рекристаллизационными отжигами, привести к снижению уровня упругих напряжений в поверхностном слое. Уменьшение остаточных упругих напряжений должно приводить к формированию мартенситной фазы В19', что объясняет наличие рефлексов фазы В19' на всю глубину проникновения рентгеновского пучка на дифрактограммах образцов, обработанных при $E_3 = 30$ Дж/см² (рис. 3).

Выводы. Анализ дифракционных картин, изменения фазового состава и параметров решеток фаз В2 и В19' по глубине анализируемого слоя показал следующее:

– после облучения образцов никелида титана TiNi импульсными низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками кроме дифракционных рефлексов от фазы В2 на дифрактограммах наблюдаются дополнительные рефлексы, соответствующие мартенситной фазе В19' никелида титана и при увеличении плотности энергии в пучке от 15 до 30 Дж/см² содержание последней увеличивается от 5 до 80 % (по объему);

– в поверхностном, расплавляемом на глубину примерно до 10 мкм слое происходит растворение фазы Ti₂Ni, которое приводит к изменению концентрации титана и никеля. Сформированная в этом модифицированном слое основная фаза обогащена титаном (по сравнению с его исходным содержанием в фазе В2 до облучения). Выявлено, что в поверхностных слоях образцов никелида титана TiNi, обработанных импульсными электронными пучками с меньшими (15 и 20 Дж/см²) значениями плотности энергии в пучке, формирования фазы В19' не происходит. Возможно, это обусловлено наличием значительных упругих напряжений, индуцированных электронно-пучковой обработкой. Увеличение плотности энергии в пучке

приводит к большему разогреву образца, более медленному его охлаждению и, аналогично действию рекристаллизационных отжигов, должно приводить к снижению уровня упругих напряжений в поверхностном слое. Поэтому в образцах, обработанных импульсными электронными пучками с большей плотностью энергии в пучке, поверхностный слой на всю глубину проникновения рентгеновского пучка находится в мартенситном состоянии.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Бойко В.И., Валяев А.Н., Погребняк А.Д. Модификация металлических материалов импульсными мощными пучками частиц. // Успехи физических наук. 1999. Т. 169. № 11. С. 1243 – 1271.
2. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов / К.К. Кадыржанов, Ф.Ф. Комаров, А.Д. Погребняк и др. – М.: изд. МГУ, 2005. – 640 с.
3. Нанотехнологии поверхности. Формирование неравновесных состояний в поверхностных слоях материалов методами электронно-ионно-плазменных технологий / Отв. ред. И.З. Ляхов, С.Г. Псахье. – Новосибирск: изд. СО РАН, 2008. – 276 с.
4. Погребняк А.Д., Братушка С.Н., Маликов Л.В. и др. Влияние высоких доз ионов N⁺, N⁺ + Ni⁺, Mo⁺ + W⁺ на физико-механические свойства TiNi. // Журнал технической физики. 2009. Т. 79. № 5. С. 65 – 72.
5. Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B. – In book: Materials surface processing by directed energy techniques / Pauleau Ed.Y. – Amsterdam: Elsevier, 2006. P. 205 – 240.
6. Лотков А.И., Мейснер Л.Л., Гришков В.Н. Сплавы на основе никелида титана: ионно-лучевая плазменная и химическая модификации поверхности. // Физика металлов и металловедение. 2005. Т. 99. № 5. С. 66 – 78.
7. Zhang K.M., Yang D.Z., Zou J.X. etc. // Surface and Coatings Technology. 2006. Vol. 201(6). P. 3096 – 3102.
8. Hao S., Wu P., Zou J. etc. // Applied surface science. 2007. Vol. 253(12). P. 5349 – 5354.
9. Zou J.X., Zhang K.M., Hao S.Z. etc. // Thin Solid Films. 2010. Vol. 519(4). P. 1404 – 1415.
10. Zhang K., Zou J., Grosdidier T., Dong C. // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. 2010. Vol. 28. P. 1349 – 1355.
11. Мейснер Л.Л., Лотков А.А., Остапенко М.Г., Гудимова Е.Ю. Анализ методами рентгеновской дифрактометрии градиента внутренних напряжений в никелиде титана после электронно-пучковой обработки поверхности // Физическая мезомеханика. 2012. № 3. С. 79 – 89.
12. Meisner L.L., Lotkov A.A., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. // Applied Surface Science. 2013. Vol. 280. P. 398 – 404.
13. Липсон Г., Стипл Г. Интерпретация порошковых рентгенограмм. – М.: Мир, 1972. – 384 с.
14. Гришков В.Н., Лотков А.И. Мартенситные превращения в области гомогенности интерметаллида. // Физика металлов и металловедение. 1985. Т. 60. Вып. 2. С. 351 – 355.
15. Prokoshkin S.D., Korotitskiy A.V., Gundyrev V.M., Zeldovich V.I. // Materials Science & Engineering. 2008. Vol. 481 – 482. P. 489 – 493.

© 2014 г. Мейснер Л.Л., Остапенко М.Г., Лотков А.И., Гудимова Е.Ю., Нейман А.А.
Поступила 27 декабря 2013 г.

MICROSTRUCTURE EVOLUTION IN THE MODIFIED SUBSURFACE LAYER OF TiNi ALLOY UNDER LOW ENERGY HIGH CURRENT PULSED ELECTRON BEAM

Meisner L.L.^{1,2}, *Dr. Sci. (Eng.), Professor, Chief Researcher* (artifakt@ispms.tsc.ru)

Ostapenko M.G.^{1,3}, *Cand. Sci. (Eng.), Junior Researcher*

Lotkov A.I.¹, *Dr. Sci. (Eng.), Professor*

Gudimova E.Yu.¹, *Postgraduate*

Neiman A.A.¹, *Cand. Sci. (Eng.), Junior Researcher*

¹ Institute of Strength Physics and Material Science Siberian Branch of Russian Academy of Sciences (2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia)

² National Research Tomsk State University (36, pr. Lenina, Tomsk, 634050, Russia)

³ National Research Tomsk Polytechnic University (30, pr. Lenina, Tomsk, 634050, Russia)

Abstract. The paper is devoted to the effect of pulsed electron-beam treatments with different energy densities $E_1 = 15 \text{ J/cm}^2$, $E_2 = 20 \text{ J/cm}^2$ и $E_3 = 30 \text{ J/cm}^2$ on the change of structural and phase states in the NiTi surface layers. It is revealed that in the diffraction patterns of NiTi specimens with one side irradiated by a low-energy high-current electron beam the reflections B2 phase and martensite phase B19' are observed. By increasing the energy density from $E_1 = 15 \text{ J/cm}^2$ to $E_3 = 30 \text{ J/cm}^2$ the content of martensite phase B19' increases from 5 % to 80 %. It is also revealed that the surface layer is melted to the thickness 8–10 μm , and in this layer the Ti_2Ni phase dissolves. The dissolution of Ti_2Ni phase leads to a change in the concentration of Ti and Ni. It is established that the modified B2 phase in the melted layer is enriched with titanium as compared with its original content in the B2 phase up to irradiation. It is revealed that B19' phase formation occurs when the surface layers of the samples TiNi are treated with pulsed electron beams with lower values of the energy density in the beam ($E_1 = 15 \text{ J/cm}^2$, $E_2 = 20 \text{ J/cm}^2$). In the samples treated with pulsed electron beams with greater energy density in the beam $E_3 = 30 \text{ J/cm}^2$, the surface layer to the entire depth of penetration of X-ray beam is in the martensitic state.

Keywords: nickel-titanium alloy, modified surface layer, electron beam treatment, structural-phase states, the B19' martensite phase.

REFERENCES

1. Boiko V.I., Valyaev A.N., Pogrebnyak A.D. The modification of metals by high-current pulsed electron beams. *UFN – Physics Uspekhi*. 1999, Vol. 169, no. 11, pp. 1270–1271.
2. Kadyrzhанov K.K., Komarov F.F., Pogrebnyak A.D. etc. *Ionno-luchevaya i ionno-plazmennaya modifikatsiya materialov* [Ion-beam and ion-plasma modification of materials]. Moscow: Izd. MGU, 2005. 640 p. (In Russ.).
3. *Nanoinzheneriya poverkhnosti. Formirovanie neravnovesnykh sostoyanii v poverkhnostnykh sloyakh materialov metodami elektronno-ionno-plazmennyykh tekhnologii* [Nanoengineering surface. Formation of non-equilibrium states in the surface layers of materials by means of electron-ion-plasma technologies]. Lyakhov. I.Z.,

Psakh'e S.G. eds.; RAN SO, In-t fiziki prochnosti i materialovedeniya. Novosibirsk: izd. SO RAN. 2008. 276 p. (In Russ.).

4. Pogrebnyak A.D., Bratushka S.N., Malikov L.V., Levintant N., Erdybaeva N.K., Plotnikov S.V., Gritsenko B.P. Effect of high doses of N+, N+ + Ni+, and Mo+ + W+ ions on the physicomechanical properties of TiNi. *ZhTF = Technical Physics*. 2009. Vol. 54, no. 5, pp. 667–673.
5. Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B. In: *Materials surface processing by directed energy techniques*. Pauleau Y. ed. Amsterdam: Elsevier, 2006, pp. 205–240.
6. Lotkov A.I., Meisner L.L., Grishkov V.N. Titanium nickelide-based alloys: surface modifications with ion beam, plasma flows and chemical treatment. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metallography*. 2005. Vol. 99, no. 5, pp. 508–519.
7. Zhang K.M., Yang D.Z., Zou J.X., Grosdidier T., Dong C. *Surface and Coatings Technology*. 2006. Vol. 201(6), pp. 3096–3102.
8. Hao S., Wu P., Zou J., Grosdidier T., Dong C. *Applied surface science*. 2007. Vol. 253(12), pp. 5349–5354.
9. Zou J.X., Zhang K.M., Hao S.Z., Dong C., Grosdidier T. *Thin Solid Films*. 2010. Vol. 519(4), pp. 1404–1415.
10. Zhang K., Zou J., Grosdidier T., Dong C. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. 2010. Vol. 28, pp. 1349–1355.
11. Meisner L.L., Lotkov A.A., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. X-ray analysis of gradient of residual stress in nickel-titanium alloy irradiated with low-energy high-current electron beams. *Fizicheskaja mezomehanika = Physical Mesomechanics*. 2012. Vol. 3, pp. 79–89. (In Russ.).
12. Meisner L.L., Lotkov A.A., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. XRD study of residual elastic stress and microstructure of near-surface layers in nickel-titanium alloy irradiated with low-energy High-current electron beams. *Applied Surface Science*. 2013. Vol. 280, pp. 398–404.
13. Lipson G., Steeple G. *Interpretatsiya poroshkovykh rentgenogramm* [Interpretation of powder X-ray diffraction patterns]. Moscow: Mir, 1972. 384 p. (In Russ.).
14. Grishkov V.N., Lotkov A.I. Martensite transformations in the homogeneity region of TiNi intermetallic compound. *FMM = Physics of Metals and Metallography*. 1987. Vol. 60. Issue 2, pp. 132–137.
15. Prokoshkin S.D., Korotitskiy A.V., Gundyrev V.M., Zeldovich V.I. *Materials Science & Engineering*. 2008. Vol. 481–482, pp. 489–493.

Acknowledgements. Investigations were carried out in the framework of the state budget projects no. III.23.2.1, State contract no. 16.522-11-2019 and with the financial support of the Scholarship Fund of the President of the Russian Federation (SP-236.2012.4).

The authors thank the head of the Laboratory of plasma emission electronics ISE SB RAS Professor Koval' N.N. for the organization of work on electron beam treatment of the samples and the leading electronics engineer Teresova A.D. for carrying out the electron-beam treatments.

Received December 27, 2013