

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011136944/02, 07.09.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
07.09.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 07.09.2011

(45) Опубликовано: 27.10.2012 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2068459 С1, 27.10.1996. RU 2340703  
С1, 10.12.2008. GB 1490063 A, 26.10.1977.  
EP 2017366 A1, 21.01.2009. EP 1719823 A1,  
08.11.2006.Адрес для переписки:  
115280, Москва, ул. Автозаводская, 16, ГОУ  
ВПО МГИУ

(72) Автор(ы):

Овчинников Виктор Васильевич (RU),  
Боровин Юрий Михайлович (RU),  
Серикова Екатерина Александровна (RU),  
Лукьяненко Елена Владимировна (RU),  
Шляпина Ирина Рафаиловна (RU),  
Козлов Дмитрий Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
"Московский государственный  
индустриальный университет" (RU)

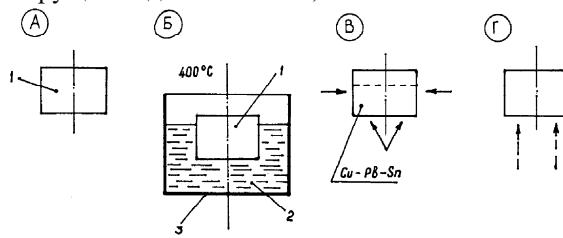
R U 2 4 6 5 3 7 3 C 1

(54) СПОСОБ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЕТАЛЕЙ ИЗ  
КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области ионно-лучевой вакуумной обработки материалов и может быть использовано в машиностроении. Способ ионной имплантации поверхности деталей из конструкционной стали включает обработку поверхности деталей бомбардировкой потоком ионов меди и свинца при использовании в качестве катода импланттера монотектического сплава меди со свинцом, в который контактным легированием вводят 7-12% олова. Имплантацию

осуществляют с дозой  $(5,5-8,5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>. Обеспечивается повышение износостойкости при снижении коэффициента трения скольжения при приложении внешней нагрузки к трущимся деталям. 4 ил., 1 табл.



Фиг. 1

C 1  
2 4 6 5 3 7 3  
R U

FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2011136944/02, 07.09.2011

(24) Effective date for property rights:  
07.09.2011

Priority:

(22) Date of filing: 07.09.2011

(45) Date of publication: 27.10.2012 Bull. 30

Mail address:  
115280, Moskva, ul. Avtozavodskaja, 16, GOU  
VPO MGIU

(72) Inventor(s):

Ovchinnikov Viktor Vasil'evich (RU),  
Borovin Jurij Mikhajlovich (RU),  
Serikova Ekaterina Aleksandrovna (RU),  
Luk'janenko Elena Vladimirovna (RU),  
Shljapina Irina Rafailovna (RU),  
Kozlov Dmitrij Aleksandrovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe budzhetnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovanija "Moskovskij  
gosudarstvennyj industrial'nyj universitet" (RU)

## (54) ION IMPLANTATION METHOD OF SURFACES OF PARTS MADE FROM STRUCTURAL STEEL

(57) Abstract:

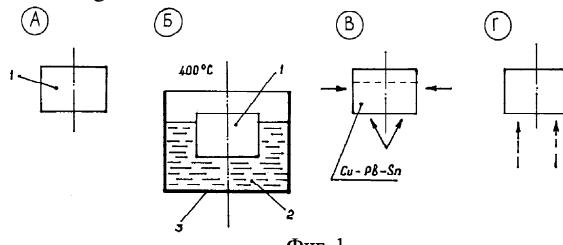
FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: ion implantation method of surfaces of parts from structural steel involves treatment of surface of the parts by bombardment of copper and lead ion flow; and monothetic alloy of copper and lead is used as cathode of implanter, to which 7-12% of stannum is added by contact alloying. Implantation is performed with a batch of  $(5.5\text{--}8.5)\cdot10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>.

EFFECT: increasing wear resistance at decreasing

sliding friction coefficient when external load is applied to rubbing parts.

4 dwg, 1 tbl



Фиг. 1

R U 2 4 6 5 3 7 3 C 1

R U 2 4 6 5 3 7 3 C 1

Предлагаемое изобретение относится к области ионно-лучевой вакуумной обработки материалов и может быть использовано в машиностроении для повышения эксплуатационных свойств деталей машин и механизмов.

Известен способ (заявка Франции 2476143, кл. С23С 14/48) ионно-лучевой обработки изделий, заключающийся в том, что в камеру, где располагаются изделия, напускают газ. Газ ионизируют и используют для обработки изделий. Ионы газа ускоряются за счет приложения переменной разности потенциала между изделиями и камерой. Технические возможности данного способа по созданию необходимой структуры и элементного состава в приповерхностном слое изделий ограничены тем, что при такой обработке в изделие имплантируют только ионы напускаемого газа. Создаваемые приповерхностные слои имеют сильные ограничения по значениям микротвердости из-за больших возникающих градиентов свойств между упрочненными слоями и матрицей. Следствием является возникновение высоких внутренних напряжений в приповерхностных слоях, приводящее к разрушению материала даже при слабых нагрузках.

Известен способ ионной имплантации, при котором поверхность обрабатываемой детали подвергается воздействию пучка ионов меди с дозой  $(1-5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> (Овчинников В.В., Козлов Д.А., Якутина С.В. Исследование свойств поверхности стали 30ХГСН2А после имплантации ионами меди. / Машиностроение и инженерное образование. 2009. №2. С.7-13).

Недостатком данного способа является ограниченное увеличение усталостной прочности и износостойкости обработанной поверхности деталей. Увеличение дозы имплантации ионов меди приводит к росту длительности обработки при постоянстве значения усталости обработанной стали и появлению задиров на имплантированной поверхности.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому способу ионной имплантации является способ, при котором поверхность обрабатываемой детали подвергается воздействию пучка ионов меди и свинца с дозой  $(1-5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>, который получают за счет использования в качестве материала катода имплантера монотектического сплава меди с 36% свинца (Овчинников В.В., Якутина С.В., Козлов Д.А., Немов А.С. Свойства и состав поверхности стали 30ХГСН2А в зависимости от дозы облучения ионами меди и свинца. // Известия МГИУ. 2010. №3. С.15-20). Применение монотектического сплава меди со свинцом позволяет значительно повысить глубину проникновения имплантируемых ионов, что способствует росту усталостных свойств стали.

Существенным недостатком прототипа является повышение коэффициента трения скольжения при введении ионов свинца в поверхностный слой стали, что сказывается на снижении износостойкости в условиях трения с приложением внешней нагрузки к трущимся деталям.

Заявляемый способ ионной имплантации поверхностей деталей из конструкционной обеспечивает повышение износостойкости при снижении коэффициента трения скольжения с приложением внешней нагрузки к трущимся деталям.

Технический результат, на достижение которого направлен заявляемый способ, обеспечивается тем, что имплантацию осуществляют при использовании в качестве материала катода из монотектического сплава меди с 36% свинца, в который контактным легированием вводят 7-12% олова, причем дозу имплантации задают в пределах  $(5,5-8,5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>.

Подробнее сущность заявляемого способа поясняется чертежами:

- на фиг.1 представлена схема процесса контактного легирования монотектического сплава меди со свинцом оловом: А - подготовка образца; Б - контактное легирование оловом; В - механическая обработка образца; Г - определение распределения элементов на единице площади (приведенный химический состав); 1 - образец монотектического сплава; 2 - расплав олова; 3 - ванна;

5 - на фиг.2 показана микроструктура сплава медь-свинец-олово, полученного методом контактного легирования ( $\times 100$ );

- на фиг.3 приведены изотермы контактного легирования медно-свинцовой

10 монотектики оловом (d - глубина проникновения олова в монотектику);

- на фиг.4 - зависимости коэффициента трения стали 30ХГСН2А от пути трения при различных вариантах обработки поверхности (смазка - глицерин; N=5,0 Н): 1 - исходное состояние; 2 - имплантация монотектическим сплавом меди с 36% свинца; 3 - имплантация монотектическим сплавом, легированным оловом (содержание

15 олова 9%);

Выполнение совместной имплантации ионами с большой массой (свинец) в сочетании с ионами (меди) близкими по массе к основе мишени (железо) позволяет создавать большое количество радиационных дефектов, по которым ионы меди 20 проникают вглубь мишени. С помощью метода вторичной масс-спектрометрии установлено, что при одновременной имплантации ионов меди и свинца при дозе  $1,5 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> глубина проникновения ионов меди в обрабатываемую сталь в 4 раза превышает глубину проникновения ионов меди при облучении ими стали при 25 одинаковой дозе.

25 Максимальное значение глубины проникновения ионов в матрицу (стали 30ХГСН2А) достигается при использовании в качестве материала катода имплантера монотектического сплава меди со свинцом с содержанием свинца 36%. Особенностью монотектического сплава меди со свинцом является то, что компоненты сплава 30 являются несмешивающимися. Относительная простота получения сплавов меди со свинцом в наиболее практически важном интервале концентраций объясняется особенностями диаграммы равновесия этой системы: невысоким куполом расслоения в жидком состоянии и значительным содержанием свинца в монотектической точке.

35 Для введения олова в монотектический сплав использовался метод контактного легирования. Для получения монотектического сплава меди со свинцом, легированного оловом, образец сплава помещают в расплав олова при температуре 400°C и выдерживают в расплаве 5-7 минут (фиг.1). За счет изменения времени выдержки регулируют количество олова, поступающего в монотектический 40 сплав меди со свинцом.

45 В ходе миграции олова в объем монотектического сплава образуются уникальные структуры, получение которых методами сплавления или спекания принципиально невозможно. На фиг.2 показан типичный фрагмент микроструктуры сплава медь-свинец-олово, полученного контактным легированием литой медно-свинцовой монотектики из расплава олова при температуре 400°C.

Основной особенностью рассматриваемой микроструктуры является 50 концентрическое расположение свинца, олова и меди, фактически не взаимодействующих друг с другом при данной температуре и выступающих в виде чистых элементов с присущими им индивидуальными свойствами. На фиг.3 приведены изотермы контактного легирования медно-свинцового сплава монотектического состава оловом при 150, 390 и 450°C.

Следует отметить следующие особенности изучаемого процесса: миграция олова

начинается уже при температуре, чуть выше эвтектической; с увеличением температуры скорость миграции сначала возрастает, а затем резко снижается. Наблюдаемому снижению скорости процесса миграции соответствует появление первых линий фазы  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ , что, по-видимому, и является основной причиной 5 наблюдаемого торможения. Торможение процесса миграции с возрастанием температуры позволяет утверждать, что миграция олова идет по межфазной границе.

Из полученного сплава был изготовлен катод имплантера, который был 10 использован для имплантирования образцов из стали 30ХГСН2А. Для сравнения проводилась имплантация образцов монотектическим сплавом меди со свинцом.

Исследования содержания олова в монотектическом сплаве, подвергнутого контактному легированию, показали, что оно зависит от условий легирования - температуры и времени выдержки. Установлено, что контактное легирование 15 позволяет обеспечить максимальное насыщение монотектического сплава оловом до концентрации 18%. При этом концентрация свинца остается неизменной, а концентрация меди снижается.

Проведение имплантации поверхностей деталей из 30ХГСН2А монотектическим сплавом меди и свинца, содержащим с своем составе менее 7% олова, не приводит к 20 увеличению износстойкости по сравнению с деталями, облученными монотектическим сплавом.

При использовании в качестве материала катода имплантера монотектического сплава меди со свинцом, содержащего более 12% олова, не наблюдается увеличения 25 износстойкости имплантированных деталей.

Поэтому оптимальным следует признать содержание олова в монотектическом сплаве меди со свинцом в диапазоне 7-12%.

При дозе предварительной имплантации менее  $5,5 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> не отмечается существенного увеличения износстойкости имплантированной стали 30ХГСН2А.

Дислокационная картина имеет хаотический характер со слабо выраженным формированием дислокационных жгутов.

Увеличение дозы имплантации свыше  $8,5 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> существенно не сказывается на износстойкости поверхностного слоя детали из стали 30ХГСН2А при значительном увеличении времени обработки стали. При этом дислокационная 35 структура имплантированного слоя представляет собой субграницу, сформировавшуюся за счет слияния отдельных дислокационных фрагментов.

Использование имплантации ионами монотектического сплава меди со свинцом, дополнительно легированным 7-12% олова, при дозе имплантации ( $5,5-40 8,5 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) позволяет обеспечить устойчивое повышение износстойкости поверхностного слоя стали 30ХГСН2А.

Предлагаемый способ осуществляют следующим образом. Вакуумную камеру, в которой расположен источник ионов, откачивают до давления  $10^{-3}$  Па. Производят 45 ионную очистку изделия с помощью ионного источника. При этом энергия ионов не превышает 10-15 кэВ. Затем повышают энергию ионов до 40 кэВ, одновременно имплантируют ионы меди, свинца и олова с дозой  $(5,5-8,5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>, осуществляя формирование поверхностного слоя.

Фрикционные испытания облученных образцов проводились по схеме диск-палец в 50 режиме сухого и граничного трения. При сухом трении нормальная нагрузка  $N=0,5$  Н, нормальное контурное давление после приработки  $P_C$  составляло  $(0,40-1,15) \cdot 10^6$  Н/м<sup>2</sup>. При граничном трении (смазка - глицерин)  $N=5$  Н,  $P_C$  составляло  $(3,1-6,5) \cdot 10^7$  Н/м<sup>2</sup>.

Линейная скорость  $v$  при испытаниях различных образцов изменялась лишь в небольших пределах  $(3,1 \dots 9,6) \cdot 10^{-2}$  м/с. Приведенный износ  $\omega_N$  рассчитывали по формуле

$$\omega_N = Q / (L_{tr} \cdot N),$$

где  $L_{tr} = 300$  м - путь трения, одинаковый для всех экспериментов;  $Q$  - объемный износ индентора.

Коэффициент износостойкости  $K = \omega_{N_{исх}} / \omega_{N_{модиф.}}$

Функциональная схема измерительного тракта силы трения включала

10 тензорезисторы, наклеенные на тензобалку; чувствительные тензоизмерительного тракта  $5 \cdot 10^{-2}$  Н/мм. Профили треков трения записывали при помощи профилографа-профилометра.

В исходном состоянии образцы полированы, очищены от загрязнений и жировых

15 пленок и подвергнуты отжигу при температуре  $650^{\circ}\text{C}$  в течение 2 часов в вакууме  $5 \cdot 10^{-6}$  мм рт.ст.

20 Имплантации подвергалась только сферическая часть пальца. Элементный состав модифицированных поверхностных слоев, толщины и состав поверхностных слоев до и после испытаний определяли методом резерфордовского обратного рассеяния (ОР) ионов гелия. Энергия ионов гелия в анализируемом пучке  $E_0 = 0,8\text{--}2,0$  МэВ, угол рассеяния  $\Theta = 160^{\circ}$ .

25 Исследования элементного состава ионно-имплантированных образцов показали, что ионное облучение матрицы с отмеченными параметрами процесса обработки позволяет модифицировать поверхностный слой толщиной 450-600 нм. Максимальная концентрация внедряемых атомов в этом слое в обоих случаях не превышает 30 ат.%. Протекание при ионной имплантации процессов распыления поверхностных атомов исключало возможность реализации больших концентраций ионного легирования 30 поверхности слоя.

30 Основные результаты исследований трибологических свойств имплантированных образцов представлены в таблице и на фиг.4.

35 Имплантация монотектического сплава меди со свинцом, дополнительно легированного оловом, в сталь позволяет существенно снизить (практически в течение всего времени испытаний) коэффициент трения и заметно повысить износостойкость (фиг.4, таблица) в случае испытаний при большой нагрузке со смазкой.

Таблица

Трибологические свойства стали 30ХГСН2А после имплантации

Состояние образцов	Режим имплантации			Трибологические характеристики			
	Содержание элементов в материале катода имплантера, мас.%		Дата имплантации (флюенс), ион/см <sup>2</sup>	Нагрузка N, Н	P <sub>C</sub> , Н/м <sup>2</sup>	Коэффициент трения f	Коэффициент износостойкости K
	Си	Pb					
Исходное состояние	-	-	-	0,5	$4,2 \cdot 10^6$	0,86	1,0
	-	-	-	5,0	$3,2 \cdot 10^0$	0,45	1,0
Имплантование монотектическим сплавом меди со свинцом	64	36	-	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$8,8 \cdot 10^5$	0,68
	64	36	-	$7,2 \cdot 10^{17}$	5,0	$4,7 \cdot 10^7$	0,06

5	Монотектический сплав меди со свинцом, контактно легированный оловом	58	36	6	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,1 \cdot 10^5$	0,67	4,3	
						5,0	$5,7 \cdot 10^7$	0,06	92	
		57	36	7	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,2 \cdot 10^5$	0,67	4,8	
						5,0	$5,8 \cdot 10^7$	0,05	112	
		55	36	9	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,6 \cdot 10^5$	0,68	5,1	
						5,0	$6,7 \cdot 10^7$	0,02	145	
		52	36	12	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,7 \cdot 10^5$	0,68	5,4	
						5,0	$6,8 \cdot 10^7$	0,01	150	
		51	36	13	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,7 \cdot 10^5$	0,68	5,4	
						5,0	$6,8 \cdot 10^7$	0,01	150	
10		55	36	9	$4,5 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,1 \cdot 10^5$	0,67	4,2	
						5,0	$5,7 \cdot 10^7$	0,06	90	
		55	36	9	$5,5 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,4 \cdot 10^5$	0,68	4,2	
						5,0	$5,9 \cdot 10^7$	0,04	122	
		55	36	9	$7,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,6 \cdot 10^5$	0,68	5,1	
						5,0	$6,7 \cdot 10^7$	0,02	145	
15		55	36	9	$8,5 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,8 \cdot 10^5$	0,68	5,9	
						5,0	$6,9 \cdot 10^7$	0,02	155	
		55	36	9	$9,2 \cdot 10^{17}$	0,5	$9,8 \cdot 10^5$	0,68	5,8	
						5,0	$6,9 \cdot 10^7$	0,02	150	
20										

Сравнение данных по фрикционным свойствам ионно-имплантированных образцов (фиг.4) показывает, что антифрикционные свойства у образцов,

имплантированных монотектическим сплавом, при испытаниях в глицерине начинают 25 нарушаться раньше, чем у образцов с монотектическим сплавом с оловом. Это проявляется в схватывании в паре трения после 180 м пути, что иллюстрируется возрастанием значения и увеличением амплитуды колебаний  $f$ . При этом у ряда образцов, имплантированных монотектическим сплавом меди со свинцом, в конце 30 испытаний наблюдалось нарушение антифрикционных свойств с резким возрастанием  $f$  до исходных значений. Различие трибологических свойств выбранной пары трения в зависимости от вида монотектического сплава, используемого для 35 имплантации, проявляется при исследовании топографии поверхности как зоны контакта пальца, так и трека на диске. Установлено, что при скольжении пальца, 40 модифицированного монотектическим сплавом с оловом, образуется очень узкая канавка с гладкой поверхностью. При скольжении пальца, имплантированного монотектическим сплавом меди со свинцом, формируется более широкий трек с развитым рельефом. Наиболее сильно разрушается поверхность диска от контакта с пальцем в исходном состоянии без имплантации.

В случае испытаний в режиме сухого трения линейный износ имплантированных образцов превышает 210 мкм, что существенно больше начальной толщины 45 модифицированного слоя. Однако антифрикционные свойства поверхности имплантированных образцов сохраняются и после удаления такого слоя.

Основная причина изменения трибологических свойств стали 30ХГСН2А в случае 50 имплантации монотектическим сплавом меди со свинцом дополнительно легированным оловом, по-видимому, заключена в упрочнении матрицы оловосодержащими микровключениями.

### Формула изобретения

Способ ионной имплантации поверхности деталей из конструкционной стали, включающий обработку поверхности деталей бомбардировкой потоком ионов меди и

свинца при использовании в качестве катода имплантера сплав меди со свинцом, отличающийся тем, что катод имплантера изготавливают из монотектического сплава меди со свинцом, в который контактным легированием вводят 7-12% олова, а имплантацию осуществляют с дозой  $(5,5-8,5) \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>.

5

10

15

20

25

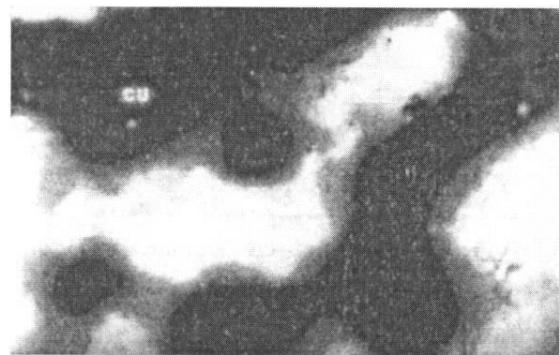
30

35

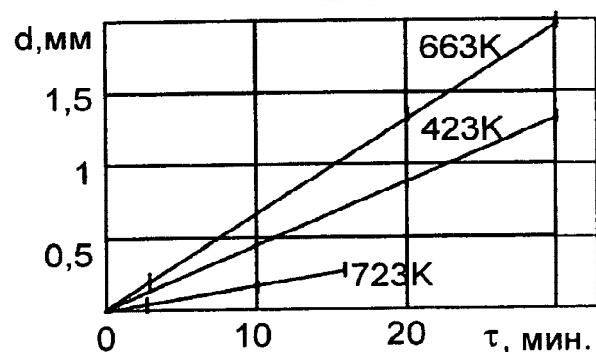
40

45

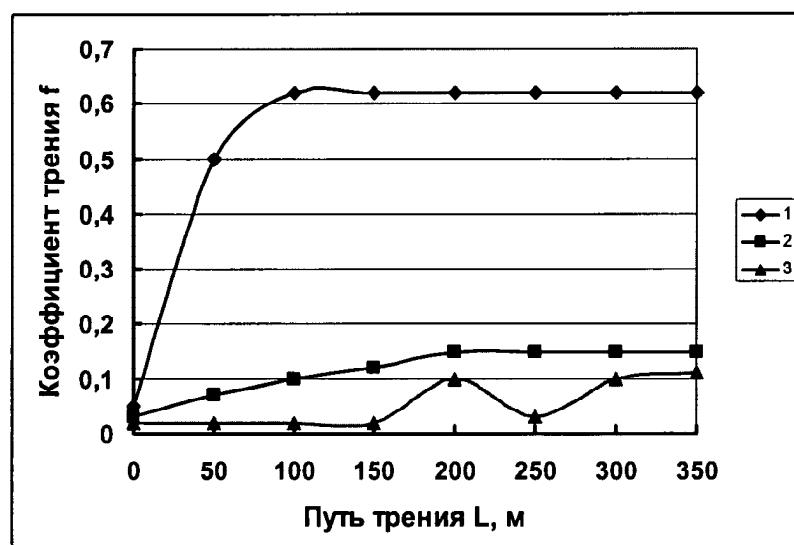
50



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4