

## Модификация рельефа поверхности аддитивных материалов при облучении ионами $\text{Ar}^+$

Д.С. Киреев,<sup>1,\*</sup> К.Ф. Миннебаев,<sup>1</sup> В.А. Киселевский,<sup>2</sup> А.Е. Иешкин<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, физический факультет

Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 2

<sup>2</sup>Физико-технологический институт имени К.А. Валиева

Российской академии наук (ФТИАН им. К.А. Валиева РАН)

Россия, 117218, Москва, Нахимовский проспект д. 36 к. 1

(Поступила в редакцию 27.04.2024; подписана в печать 14.05.2024)

Аддитивное производство (АП) — современная развивающаяся группа технологий, основанная не на удалении материала, а на послойном выращивании и синтезе объекта по модели САПР (система автоматизированного проектирования). Основные недостатки объектов, изготавливаемых технологиями АП, — высокая степень пористости и шероховатости поверхности. В работе рассмотрена возможность модификации поверхности аддитивных материалов  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  и  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  с помощью облучения ионами  $\text{Ar}^+$  с энергиями в диапазоне от 2 до 9 кэВ. С помощью СЭМ получена топография поверхности до и после облучения и механической полировки. Продемонстрировано уменьшение пористости и шероховатости поверхности, а также влияние энергии пучка на итоговый рельеф поверхности.

PACS: 79.20.Rf, 81.16.Rf. УДК: 538.971, 539.

Ключевые слова: распыление, ионы  $\text{Ar}^+$ , нанорельеф поверхности, аддитивные материалы, ионная модификация.

DOI: [10.55959/MSU0579-9392.79.2440501](https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.79.2440501)

### ВВЕДЕНИЕ

Являясь методом послойного добавления материала с последующим его спеканием аддитивное производство позволяет сокращать материальные затраты и время производства, а также получать изделия сложной формы, которые крайне сложно изготовить другими методами [1, 2]. Одним из широко применяемых методов является метод селективного лазерного плавления (SLM), при котором деталь создается из металлического порошка посредством спекания слоев под действием лазера в бескислородной среде [3]. Требования к износостойкости, микроструктуре и механическим свойствам ограничивают выбор материалов, пригодных для аддитивного производства [4, 5].

В настоящее время аддитивный подход используется для решения широкого круга прикладных задач. Возможность изготовления деталей сложной формы с использованием технологий лазерного аддитивного производства имеет большой потенциал в аэрокосмической промышленности [6, 7] и биомедицине [2]. При этом существуют определенные требования к материалу имплантов: механические свойства, биосовместимость с тканями человека, остеоинтеграция. Поэтому шероховатость поверхности, ее морфология и состав поверхности подобных многокомпонентных материалов крайне важны. Для постоянного развития технологии аддитив-

ного производства и его применения в вышеуказанных отраслях необходимо устранить его главный недостаток, связанный с низким качеством получаемой поверхности, которая при наличии нерасплавленных гранул порошка остается крайне шероховатой и пористой. В зависимости от размера используемого абразива механическая полировка позволяет значительно снизить шероховатость поверхности, обеспечить достаточно однородную структуру поверхности. Однако ее нельзя использовать для обработки внутренних полостей деталей с развитым рельефом поверхности. Кроме того, после механической полировки в поверхностном слое материала остаются абразивные частицы.

Электрохимическая полировка [8] и лазерно-плазменная полировка [9] позволяют полировать внутренние поверхности деталей сложной формы. Первый метод позволяет сглаживать поверхность до значений не лучше, чем  $R_a = 0.01$  мкм и требует подбора химически агрессивных веществ для каждого типа материалов и последующую утилизацию химических отходов. Недостатками второго метода являются необходимость создания защитной атмосферы, препятствующей окислению материала в процессе полировки, и ограничение на возможность полировки деталей сложной формы.

Хорошо известно, что под действием облучения ускоренными ионами благородных газов происходит модификация нанорельефа поверхности [10–12]. Варьируя энергию ионного пучка, угол падения и ионную дозу облучения можно добиться эффективного удаления поверхностных выступов,

\* E-mail: [kireev.dmitriy@physics.msu.ru](mailto:kireev.dmitriy@physics.msu.ru)

что приводит к сглаживанию поверхности [13, 14]. В данной работе рассмотрено влияние облучения ионами  $\text{Ar}^+$  на рельеф и пористость поверхности мишеней  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  и  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$ , изготовленных методом селективного лазерного спекания.

## 1. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве исследуемых мишеней были использованы цилиндрические образцы высотой 5 мм, диаметром 10 мм из сплавов  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  и  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$ . Образцы были изготовлены из мелкодисперсных порошков (средний размер зерна 20–60 мкм) методом селективного лазерного плавления (SLM) на производственной площадке SIU System Центра аддитивного инжиниринга. Послойное спекание производилось под действием  $\text{Yb}$ -волоконного лазера мощностью 400 Вт с диаметром фокусировки около 100 мкм.

Облучение проводилось на ускорителе ионов МГУ имени М.В. Ломоносова. Исходная поверхность образцов облучалась пучком ионов  $\text{Ar}^+$  при различных энергиях в диапазоне от 2 до 9 кэВ с одинаковой ионной дозой  $10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>. Установленная на расстоянии 15 мм от поверхности образца металлическая диафрагма уменьшает диаметр пучка до 3 мм, что обеспечивает более однородное облучение (рис. 1). Давление в рабочей камере поддерживалось на уровне  $5 \times 10^{-6}$  Торр. Ионная доза определялась по величине ионного тока с образца, определяемого интегратором. При этом для подавления вторичной электронной эмиссии на расстоянии 10 мм от образца была установлена вторая диафрагма с диаметром 5 мм, на которую подавался отрицательный потенциал  $-100$  В.

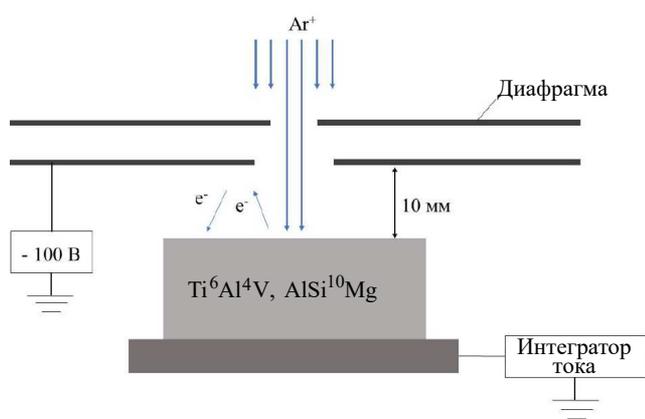


Рис. 1. Схема эксперимента

Также некоторые образцы были подвергнуты механической абразивной полировке без последующего облучения ионами  $\text{Ar}^+$ .

Топография поверхности до и после облучения, а также после механической полировки исследовалась с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Carl Zeiss Ultra 55, оборудованно-

го термополювым катодом (катодом Шоттки) и обладающим предельным разрешением около 1 нм. Изображения получались при использовании внутрилинзового детектора при энергии электронного пучка 10 кэВ, а образец исследовался при увеличении до 200 000х.

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Коэффициенты распыления подобных сплавов, полученных аддитивным методом, могут отличаться от обычных сплавов в виду влияния метода получения сплава на микроструктуру. Для оценки величины удаленного слоя с поверхности облученных в образцов  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  и  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  были использованы данные о коэффициентах распыления чистых  $\text{Ti}$  и  $\text{Al}$  [15]. Работа [16] показывает, что коэффициент распыления  $\text{Al}$ ,  $\text{Al}_{0.95}\text{Si}_{0.05}$  и  $\text{Al}_{0.72}\text{Si}_{0.18}$  различаются не более чем на 10%.

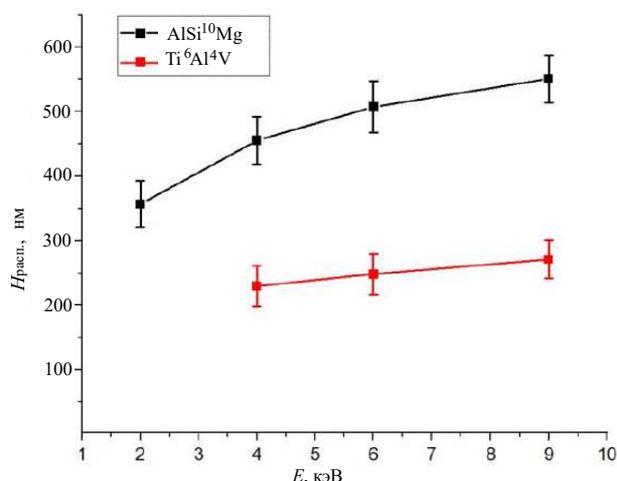


Рис. 2. Зависимость величины удаленного слоя от энергии ионов

Наиболее эффективное сглаживание рельефа поверхности сплава  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  наблюдается при малых энергиях пучка. Облучение поверхности ионами с энергией 2 кэВ приводит к проявлению крупных полостей, обусловленных методом производства данного материала. Поверхность между полостями значительно сглаживается по сравнению с исходной и выглядит наиболее однородной. При этом появляются поры малого диаметра порядка 20–30 нм (рис. 3, б). Увеличение энергии приводит к формированию более развитого рельефа по сравнению с исходной поверхностью, концентрация маленьких пор значительно повышается, а диаметр пор увеличивается до 50–100 нм (рис. 3, в). Развитый рельеф поверхности, облученной при энергиях 4 и 6 кэВ, состоит из совокупности выступов и впадин разного размера, при этом края выступов более гладкие по сравнению с исходной поверхностью. При дальнейшем повышении энергии до

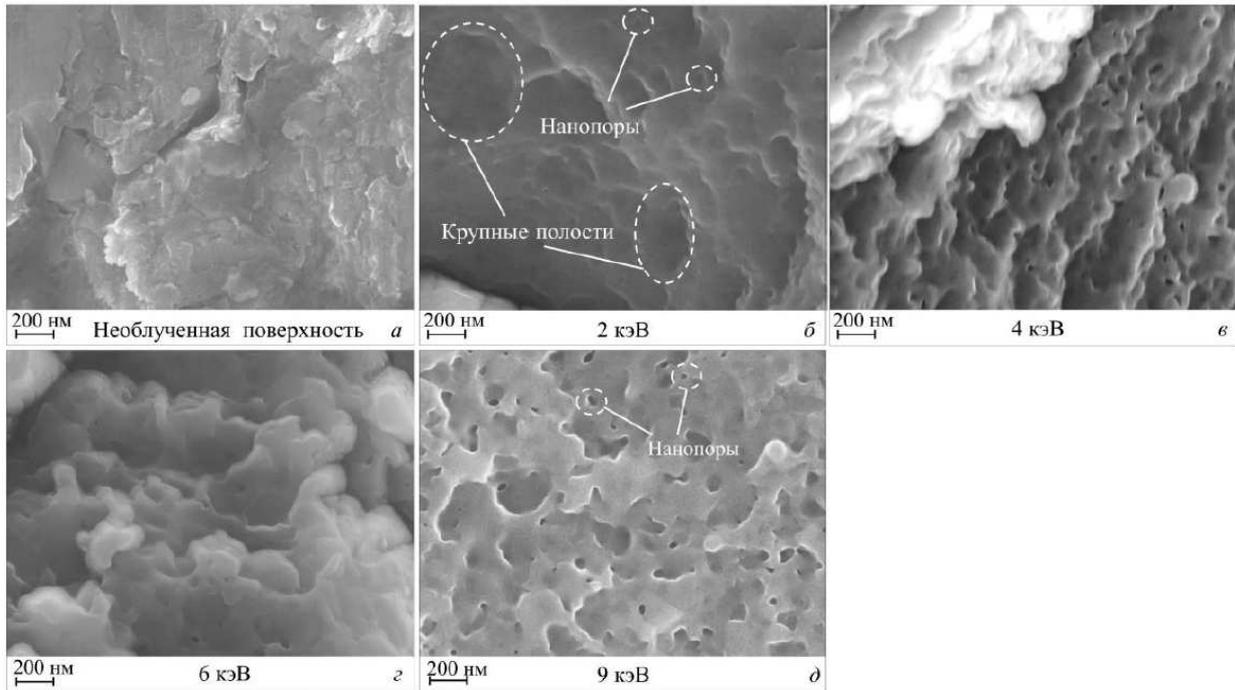


Рис. 3. СЭМ изображения поверхности  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  до и после облучения ионами  $\text{Ar}^+$  при различных энергиях при ионной дозе облучения  $10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>

9 кэВ рельеф поверхности эволюционирует к состоянию, при котором крупные полости разного диаметра перекрываются и частично объединяются с нанопорами, концентрация которых значительно возрастает (рис. 3, *д*). В результате чего поверхность состоит из совокупности «чешуек», объединенных между собой, что значительно повышает эффективную площадь поверхности и степень ее пористости. Стоит отметить, что поверхность самих «чешуек» относительно гладкая в наномасштабе.

В то время как крупные полости присущи материалу мишени и являются следствием послойного спекания мелкодисперсного металлического порошка [4, 17], поры мелкого диаметра (20–100 нм) появляются вследствие ионной бомбардировки. Можно предположить, что при данной ионной дозе облучения и энергии ионов имеет место блистеринг, т.е. образование газовых полостей (блистеров) в приповерхностных слоях твердого тела при его облучении газовыми ионами [18]. Глубина пробега ионов аргона в приповерхностном слое Al для диапазона энергий от 2 до 9 кэВ составляет от 5 до 12 нм соответственно. При этом величина удаленного слоя составляет 350–550 нм (рис. 2), что значительно превосходит глубину пробега. Вероятно, нанопоры есть результат распыления блистеров, образованных на небольшой глубине от поверхности.

Пористость поверхности обнаруживается и при меньшей ионной дозе облучения,  $5 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> (рис. 4, *а*), которой соответствует удаленный слой, по нашей оценке порядка 225 нм. При этом пористость более ярко выражена, что может быть связано с вдвое меньшей толщиной удаленного слоя при

той же глубине пробега ионов в приповерхностном слое.

На рис. 5 представлены СЭМ-изображения поверхности  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  после облучения  $\text{Ar}^+$  с различными энергиями. На изображении исходной поверхности (рис. 5, *а*) наблюдаются протяженные линейные структуры, которые могут как возникать из предшествующих зерен  $\beta$ -фазы, образовавшихся на стадии затвердевания жидкости и сохранившиеся до комнатной температуры [17], так и являться следами механической постобработки поверхности на производстве. Облучение с энергией 4 кэВ приводит к развитию рельефа поверхности, при этом так же, как в случае со сплавом  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$ , проступает пористая структура материала (рис. 5, *б*). Однако в данном случае пористость менее выражена и развитый рельеф обусловлен преимущественно перекрывающимися крупными полостями. С ростом энергии ионов (рис. 5, *в*) пористость поверхности уменьшается, при этом рельеф поверхности состоит преимущественно из крупных выступов и впадин высотой более 100 нм, более мелкие шероховатости сглаживаются, присутствует малое количество пор диаметром до 50 нм. Облучение с энергией 9 кэВ приводит к удалению макроскопических выступов, поверхность планаризуется и формируется нанорельеф шероховатостью менее 100 нм, поверхность становится более развитой, однако отдельные поры отсутствуют (рис. 5, *г*).

Образование рельефа под действием облучения атомарными ионами является результатом нестабильности, возникающей в результате двух конкурирующих процессов: распыления, скорость кото-

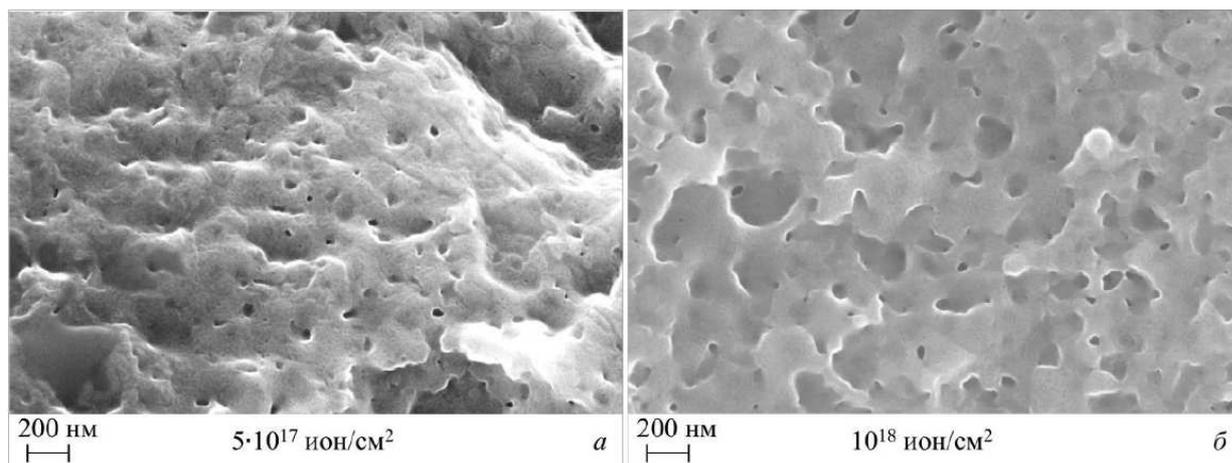


Рис. 4. СЭМ-изображения поверхности  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  до и после облучения ионами  $\text{Ar}^+$  при с различными ионными дозами при энергии 9 кэВ

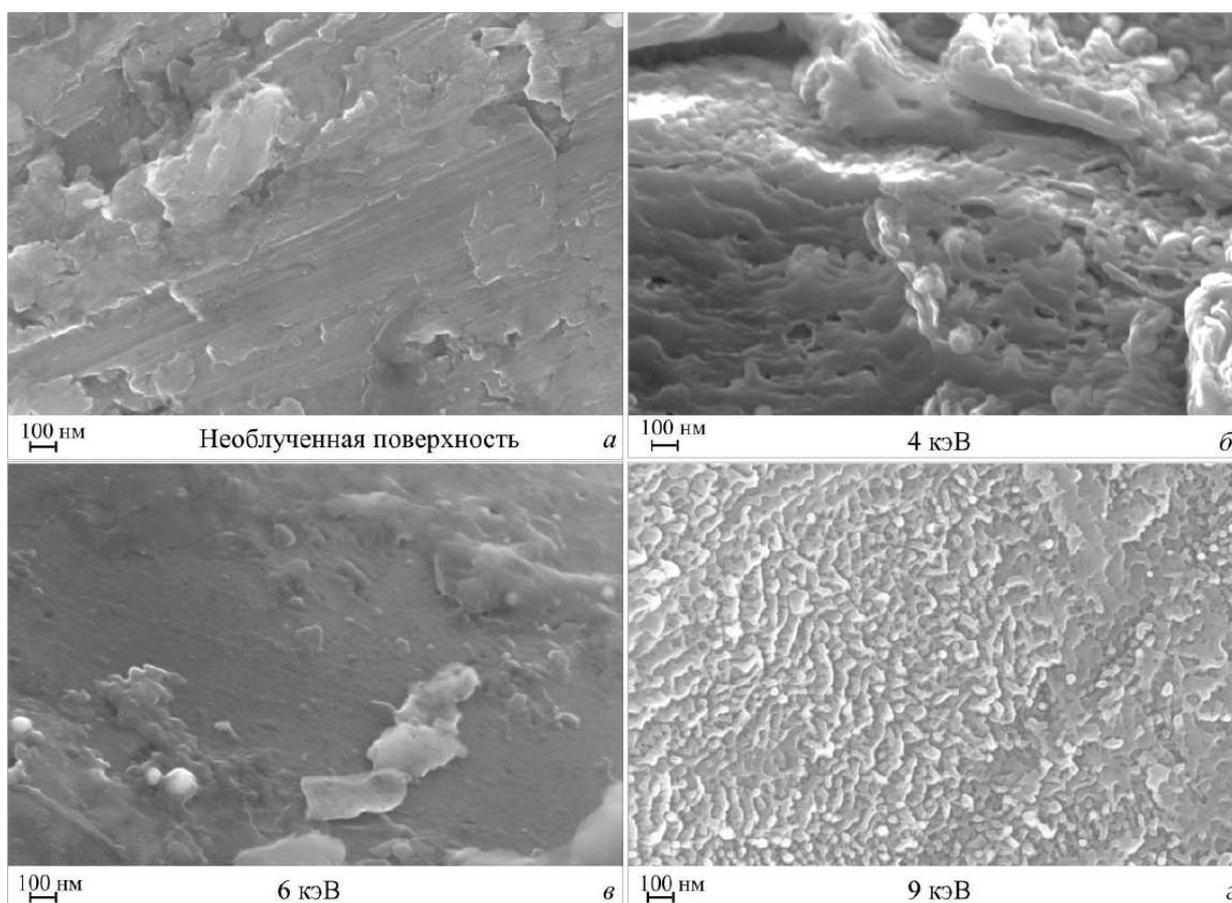


Рис. 5. СЭМ-изображения поверхности  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  до и после облучения ионами  $\text{Ar}^+$  при различных энергиях при ионной дозе облучения  $10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>

рого зависит от локальной кривизны поверхности, и поверхностной миграции атомов [10, 19]. Поликристаллическая структура поверхности также оказывает значительное влияние на формирующийся рельеф [20]. К тому же неравномерное распределение поверхностных напряжений, возникающее во время традиционных процессов обработки поверхности, таких как притирка и полировка, приводит

к неравномерной скорости распыления отдельных участков поверхности. Совокупность этих факторов приводит к тому, что под действием ионной бомбардировки может происходить как сглаживание, так и развитие рельефа. Поэтому установление точной причины образования того или иного рельефа является сложной задачей. Представленная на рис. 5, г топография поверхности предположитель-

но обусловлена динамическим равновесием между вышеописанными процессами сглаживания и развития рельефа.

Таким образом энергия ионов  $\text{Ar}^+$  при облучении поверхности сплавов  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  и  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  влияет на шероховатость поверхности, ее однородность и пористость. В случае сплава  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  наибольшее сглаживание поверхности достигается при энергии 2 кэВ, при этом поверхность остается однородной и не содержит нанопор. В то время как для сплава  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  наиболее оптимальным режимом в данном диапазоне энергий является облучение при энергии 9 кэВ, позволяющим получать планаризованную поверхность с наименьшим масштабом шероховатости и отсутствием выраженной пористости. При этом ионная доза облучения влияет на увеличение степени пористости.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

С помощью сканирующей электронной микроскопии определено влияние энергии ионов  $\text{Ar}^+$  на топо-

графию поверхности, формирующейся под действием ионного облучения сплавов  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  и  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$ , полученных с помощью аддитивного производства. Установлены оптимальные режимы сглаживания поверхности при наименьшей степени ее пористости. Показано, что, в зависимости от типа сплава, энергетические режимы облучения, при которых происходит сглаживание поверхности без развития пористости, кардинально отличаются. При энергии облучения 2 кэВ в случае  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  на поверхности не развивается рельеф, в то время как увеличение энергии до 9 кэВ приводит формированию сложного рельефа, образованного перекрывающимися порами диаметра 20–100 нм и крупными полостями. Облучение сплава  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  при низких энергиях приводит к сглаживанию рельефа, при этом облучение с энергией 9 кэВ приводит к планаризации поверхности и формированию нановыступов высотой до 100 нм. Мелкие поры при облучении с высокими энергиями 6 и 9 кэВ не наблюдаются.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, грант № 23-79-01144, <https://rscf.ru/project/23-79-01144>

- [1] Sova A., Doubenskaia M., Grigoriev S. et al. // *Journal of Thermal Spray Technology*. **22**, N 4. 551 (2013).
- [2] Danielli F., Berti F., Nespoli A. et al. // *Procedia Structural Integrity*. **56**. 82 (2024).
- [3] Schmidt M., Merklein M., Bourell D. et al. // *CIRP Annals*. **66**, N 2. 561 (2017).
- [4] Fan H., Hu J., Wang Y. et al. // // *Optics and Laser Technology*. **175**. (2024).
- [5] Tarasova T.V., Nazarov A.P., Shalapko Y.I. // *Journal of Friction and Wear*. **35**, N 5. 365 (2014).
- [6] Khodabakhshi F., Gerlich A.P. // *Journal of Manufacturing Processes*. **36**. 77 (2018).
- [7] Sotov A.V., Agapovichev A.V., Smelov V.G. et al. // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. **107**, N 5–6. 2525 (2020).
- [8] Danilov I., Hackert-Oschditzchen M., Zinecker M. et al. // *Micromachines (Basel)*. **10**, N 3. (2019).
- [9] Yadroitsev I., Bertrand P., Antonenkova G. et al. // *Journal of laser applications*. **25**. N 5. 052003-1. (2013).
- [10] Bradley R.M., Harper J.M.E. // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. **6**, N 4. 2390 (1988).
- [11] Mikhailenko M.S., Pestov A.E., Chernyshev A.K. et al. // *Technical Physics*. **92**, N 8. 1035. (2022).
- [12] Valbusa U., Boragno C., De Mongeot F.B. // *Journal of Physics Condensed Matter*. **14**, N 35. 8153 (2002).
- [13] Chernysh V.S., Patrakeeve A.S., Soldatov E.S. et al. // *Journal of Surface Investigation*. **1**. N 6. 717 (2007).
- [14] Zhou G., Bi Y., Ma Y. et al. // *Appl Surf Sci*. **476**. 905 (2019).
- [15] Yamamura Y., Tawara H. // *At Data Nucl Data Tables*. **62**, N 2. 149 (1996).
- [16] Белов Я.Д., Курпьянов А.Н., Лобзов К.Н. et al. // Труды XXVI Международной конференции ВИП 2023. **1**. 49. (2023). <http://isi2021.uniyar.ac.ru/files/proceedings/ISI2023Volume1.pdf>
- [17] Yang X., Ma W., Gu W. et al. // *RSC Adv. Royal Society of Chemistry*. **11**, N 37. 22734. (2021).
- [18] Kamada K., Naramoto H., Kazumata Y. // *Journal of Nuclear Materials*. **71**. 249 (1978).
- [19] Cuerno R., Makse H.A., Tomassone S. et al. // *Phys Rev Lett*. **75**. N 24. 4464 (1995).
- [20] Ieshkin A., Kireev D., Ozerova K., Senatulin B. // *Materials Letters*. **272**. 127829. (2020).

## Modification of the Surface Topography of Additive Materials under $\text{Ar}^+$ Ion Irradiation

D.S. Kireev<sup>1,a</sup>, K.F. Minnebaev<sup>1</sup>, V.A. Kiselevskiy<sup>2</sup>, A.E. Ieshkin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Physical Electronics, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University  
Moscow 119991, Russia

<sup>2</sup>Valiev Physics and Technology Institute of the Russian Academy of Sciences  
Moscow 117218, Russia

E-mail: <sup>a</sup>[kireev.dmitriy@physics.msu.ru](mailto:kireev.dmitriy@physics.msu.ru)

Additive manufacturing (AM) is a modern developing group of technologies based not on the removal of material, but on the layer-by-layer growth and synthesis of an object according to a CAD (Computer-Aided

Design) model. The main disadvantages of objects manufactured using AM technologies are a high degree of porosity and surface roughness. This work examines the possibility of modifying the surface of additive materials  $\text{Ti}^6\text{Al}^4\text{V}$  and  $\text{AlSi}^{10}\text{Mg}$  using irradiation with  $\text{Ar}^+$  ions with energies in the range from 2 to 9 keV. Using SEM, the surface topography was obtained before and after irradiation and mechanical polishing. A reduction in surface porosity and roughness was demonstrated, as well as the influence of beam energy on the final surface topography.

PACS: 79.20.Rf, 81.16.Rf.

*Keywords:* sputtering,  $\text{Ar}^+$  ions, surface nanorelief, additive materials, ion modification.

*Received 27 April 2024.*

English version: *Moscow University Physics Bulletin*. 2024. **79**, No. 4. Pp. 494–499.

#### Сведения об авторах

1. Киреев Дмитрий Сергеевич — канд. физ.-мат. наук, науч. сотрудник; e-mail: [kireev.dmitriy@physics.msu.ru](mailto:kireev.dmitriy@physics.msu.ru).
2. Миннебаев Кашиф Файзелхакович — канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотрудник, доцент; e-mail: [minnebaev@mail.ru](mailto:minnebaev@mail.ru).
3. Киселевский Всеволод Алексеевич — аспирант; e-mail: [kiselevskiyva@my.msu.ru](mailto:kiselevskiyva@my.msu.ru).
4. Иешкин Алексей Евгеньевич — канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотрудник; e-mail: [ieshkin@physics.msu.ru](mailto:ieshkin@physics.msu.ru).