

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ОТЖИГА ДЕФОРМИРОВАННОГО СПЛАВА Ni – 13.9 мас. % W ПУЧКАМИ УСКОРЕННЫХ ИОНОВ АРГОНА

Н.В. Гущина¹), В.И. Воронин²), Н.В. Проскурнина²),
В.И. Бобровский²), К.В. Шаломов¹), В.В. Овчинников¹)

¹)Институт электрофизики УрО РАН, ул. Амундсена 106, 620016 Екатеринбург, Россия,
guscha@rambler.ru, viae05@rambler.ru, icsartf@gmail.com

²)Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. Софьи Ковалевской 18, 620041 Екатеринбург, Россия,
voronin@imp.uran.ru, proskurnina@imp.uran.ru, bobrovskii@imp.uran.ru

Проведено исследование возможности отжига деформированных лент сплава Ni – 13.9 мас. % W с использованием пучков ускоренных ионов Ar⁺ с энергией 15 кэВ. Установлено, что кратковременное облучение флюенсом $\sim 3.1 \cdot 10^{16}$ см⁻² (в течение 50 с) при температурах мишени $T < 370^\circ\text{C}$ и $T = 630^\circ\text{C}$ приводит к снятию микронапряжений в объеме ленты толщиной 80 мкм, при этом сохраняется исходная текстура. Аналогичные изменения уровня микронапряжений как с облученной, так и с необлученной сторон образцов, при проективном пробеге ионов Ar⁺ с энергией 15 кэВ в никеле ~ 7 нм, свидетельствует в пользу радиационно-динамической природы воздействия пучков ускоренных ионов на вещество.

Ключевые слова: облучение ионами; отжиг; микронапряжения; текстура; рентгеноструктурный анализ.

STUDY OF POSSIBILITY OF DEFORMED Ni - 13.9 wt. % W ALLOY ANNEALING USING BEAMS OF ACCELERATED ARGON IONS

Natalia Gushchina¹), Vladimir Voronin²), Natalia Proskurnina²), Vladimir Bobrovskii²),
Konstantin Shalomov¹), Vladimir Ovchinnikov¹)

¹)Institute of Electrophysics, Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 106 Amundsena Str.,
620016 Yekaterinburg, Russia, guscha@rambler.ru, viae05@rambler.ru, icsartf@gmail.com

²)Institute of Metal Physics, Ural Branch of Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoi Str., 620041 Yekaterinburg, Russia, voronin@imp.uran.ru,
proskurnina@imp.uran.ru, bobrovskii@imp.uran.ru

The possibility of annealing the strips of deformed to 99% Ni – 13.9 wt. % W alloy was investigated using beams of accelerated Ar⁺ ions with an energy of 15 keV. The alloy after deformation and subsequent recrystallization annealing ($T = 1000^\circ\text{C}$, 1 h) acquires an especially sharp texture and is a promising material for the manufacture of substrates for HTSC cables. Irradiation with continuous beams of Ar⁺ ions was carried out on an ILM-1 implanter equipped with a PULSAR-1M ion source based on a low-pressure glow discharge with a cold hollow cathode. The irradiation parameters were selected in such a way as to irradiate the samples Ni – 13.9 wt. % W at two different temperatures. In the first case, the samples were not heated above 370°C due to movement under the ion beam at a speed of 1 cm/s. In the second case, the temperature of the samples during irradiation was 630°C . An X-ray structural study of the strips in the initial state and after ion-beam treatment was carried out using the Rietveld method using the FullProf program. X-ray diffraction patterns were recorded on a DRON-4 diffractometer. It was found that short-term irradiation with low fluence $\sim 3.1 \cdot 10^{16}$ cm⁻² (50 s of irradiation) at target temperatures $T < 370^\circ\text{C}$ and $T = 630^\circ\text{C}$ leads to the removal of existing microstresses in the volume of the tape 80 μm thick, while the original texture is retained. Similar changes in the level of microstresses from both the irradiated and unirradiated sides of the samples, when the projected range of Ar⁺ ions with an energy of 15 keV in nickel is ~ 7 nm only, testifies in favor of the radiation-dynamic nature of the action of beams of accelerated ions on matter. Such action is associated with the generation and propagation of post-cascade powerful elastic and shock waves.

Keywords: ion irradiation; annealing; microstresses; texture; XRD.

Введение

В работах [1-4] получены данные, сви-

детельствующие о том, что ионное облучение газовыми ионами с энергиями 10-

50 кэВ с плотностями ионного тока $j = 100\text{--}400$ мкА/см² деформированных материалов может являться альтернативой термическому отжигу. Радиационный отжиг в алюминиевых и других сплавах протекает при значительно более низких температурах, за более короткое время и при существенно меньших (в 2-3 раза) затратах энергии по сравнению с термическим отжигом. При этом глубина воздействия ионов не ограничивается зоной проникновения ионов, а более чем в 10^4 раз превышает ее [1-4].

В данной работе в качестве объекта исследования был выбран сплав Ni – 13.9 мас. % W после холодной прокатки с высокой степенью деформации (99 %). Известно [5], что этот сплав после указанной выше деформации и последующего рекристаллизационного отжига при $T = 1000^\circ\text{C}$ в течение 1 ч приобретает особо острую текстуру и является перспективным материалом для изготовления подложек для ВТСП-кабелей. В связи с этим представляет интерес оценить возможность отжига лент сплава Ni–W с использованием ионно-пучковой обработки.

Материалы и методы исследования

Образцы сплава Ni – 13.9 мас. % W размером 8×15 мм, вырезанные из прокатанных лент толщиной 80 мкм, облучали непрерывными пучками ионов Ar^+ на имплантере ИЛМ-1, оснащенный ионным источником «ПУЛЬСАР-1М» на основе тлеющего разряда низкого давления с холодным полым катодом [6]. При этом варьировали параметры облучения с целью обеспечить различный нагрев образцов и их выдержку при заданных температурах. Режимы облучения приведены в табл. 1.

Съемку образцов в исходном состоянии и после воздействия пучков ионов Ar^+ (с облученной и с необлученной сторон ленты) проводили на дифрактометре ДРОН-4. Полученные данные анализировали методом полнопрофильного анализа Ритвелда с использованием программы FullProf [7].

Таблица 1. Параметры облучения деформированного сплава Ni – 13,9 мас. % W ионами Ar^+ с энергией 15 кэВ

Table 1. Parameters of a deformed Ni – 13.9 wt. % W alloy irradiation using Ar^+ ions with an energy of 15 keV

№ режима	Плотность ионного тока j , мкА/см ²	Время облучения t , с	Флюенс ионов F , см ⁻²	Максимальная температура мишени, °C
1	100	50	$3.1 \cdot 10^{16}$	370*
2		750	$4.7 \cdot 10^{17}$	
3		50	$3.1 \cdot 10^{16}$	630
4		200	$1.3 \cdot 10^{17}$	

*В этом случае образцы не нагревались выше 370°C за счет перемещения под ионным пучком со скоростью 1 см/с.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1а в качестве примера приведена дифрактограмма, снятая с исходного образца после деформации.

Выполненный анализ дифрактограмм показал, что в исходном состоянии сплав находится в кристаллическом состоянии с достаточно большими зернами. Рефлексы значительно уширены из-за внутренних микронапряжений, о чем свидетельствует наклон прямой зависимости величины $\beta(2\Theta) \times \cos\Theta$ от $\sin\Theta$ на рис. 1б. Микронапряжения изотропны, т.к. экспериментальные точки с хорошей точностью лежат на прямых (см. рис. 1 б, в). Значительное превышение интенсивности рефлекса (220) над остальными показывает, что в процессе деформации зерна, в большинстве, выстраиваются плоскостью (220) в плоскости прокатки. В этой плоскости также наблюдается и часть зерен с ориентацией (200). Полученные в результате анализа дифрактограмм структурные параметры приведены в табл. 2.

После облучения ионами Ar^+ с указанными выше параметрами (табл. 1) вид дифрактограмм полностью аналогичен исходной дифрактограмме (рис. 1 а).

Однако имеется отличие: зависимости $\beta(2\Theta) \times \cos\Theta$ от $\sin\Theta$, полученные в результате анализа дифрактограмм, снятых с об-

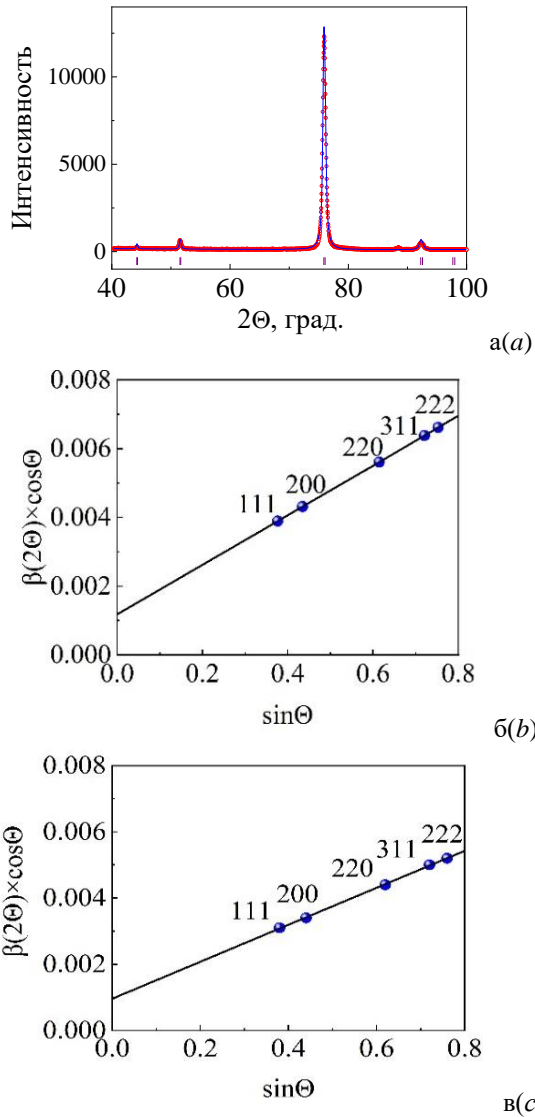


Рис. 1. Экспериментальная дифрактограмма образца сплава Ni – 13.9 мас. %W после деформации (а), а также зависимости величины $\beta(2\Theta) \times \cos\Theta$ от $\sin\Theta$ для исходного образца после деформации (б) и для образца после облучения ионами Ar^+ с $E = 15$ кэВ в режиме: $j = 100$ мкА/см², $F = 3,1 \cdot 10^{16}$ см², $T < 370^\circ\text{C}$ (в). Красные кружки – экспериментальные точки, огибающая синяя линия – расчетный профиль, штрихи – угловые положения рефлексов

Fig. 1. Experimental diffractogram of Ni – 13.9 wt. % W alloy samples after deformation (a) and dependences of the value $\beta(2\Theta) \times \cos\Theta$ from $\sin\Theta$ for the initial sample after deformation (b) and for the sample after irradiation with Ar^+ ions with $E = 15$ keV in the mode: $j = 100$ $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, $F = 3.1 \cdot 10^{16}$ cm^2 , $T < 370^\circ\text{C}$ (c). The red circles are the experimental points, the envelope blue line is the calculated profile, the strokes are the angular positions of the reflexes

лученных образцов, имеют меньший наклон (рис. 1 б, в). Это свидетельствует о

Таблица 2. Структурные параметры ленты Ni – 13.9 мас. % W в исходном состоянии после деформации (99 %) и после облучения ионами аргона ($E = 15$ кэВ) в различных режимах

Table 2. Structural parameters of the Ni – 13.9 wt. % W tape in the initial state after deformation (99%) and after irradiation with argon ions ($E = 15$ keV) in various modes

Режим обработки	Параметр решетки a , Å облуч. ст. / необл. ст.	Микро-напряжения, $\Delta d/d \times 10^4$ облуч. ст. / необл. ст.	Текстура	
Холодная деформация	3.5440(6)	35.0	220	
Облучение, $T \leq 370^\circ\text{C}$	50 с	3.5437(2) / 3.5435(3)	21.7 / 21.0	220
	750 с	3.5433(2) / 3.5442(3)	22.3 / 21.1	220
Облучение, $T = 630^\circ\text{C}$	50 с	3.5452(2) / 3.5462(3)	20.7 / 22.0	220
	200 с	3.5433(1) / 3.5425(1)	26.5 / 18.7	220

том, что в облученных образцах уменьшились микронапряжения.

Анализ показал, что в случае облучения, когда температура мишени не превышала 370°C , параметр решетки практически не изменился, тогда как микронапряжения упали от $\Delta d/d \times 10^4 = 35.0$ до $\sim 21.0-21.7$ уже после минимального флюенса, и при дальнейшем облучении не изменились (табл. 2).

Облучение ионами аргона лент сплава с нагревом мишени до 630°C также приводит к уменьшению уровня микронапряжений во всем объеме образцов. При низком флюенсе $F = 3.1 \cdot 10^{16}$ см² (время облучения 50 с) $\Delta d/d \times 10^4 = 20.7$ и 22.0 с облученной и необлученной стороны вместо 35.0 у исходного образца. При более высоком флюенсе $F = 1,3 \cdot 10^{17}$ см² (200 с облучения) уровень микронапряжений несколько возрастает с облученной стороны по сравнению с образцом после облучения низким флюенсом ионов $\Delta d/d \times 10^4 = 24.5$ и при этом составляет 18.7 с необлученной стороны. Текстура (220), свойственная исходному деформированному состоянию, сохраня-

ется при вышеуказанных режимах облучения.

Заключение

Таким образом, выполненные исследования показали, что кратковременное облучение ионами аргона с энергией 15 кэВ уже при низком флюенсе $\sim 3.1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (50 с облучения) при температурах мишени $T < 370^\circ\text{C}$ и $T = 630^\circ\text{C}$ приводит к снятию имеющихся микронапряжений в объеме предварительно деформированной ленты из Ni – 13.9 вес. % W при сохранении исходной текстуры.

Следует отметить, что изменения уровня микронапряжений как с облученной, так и с необлученной сторон образца толщиной 80 мкм, примерно одинаковы, при этом проективный пробег ионов аргона с энергией 15 кэВ в никеле, согласно расчетам методом TRIM, составляет ~ 7 нм. Полученный результат свидетельствует в пользу радиационно-динамической природы воздействия пучков ускоренных ионов на вещество, связанной с генерацией и распространением посткаскадных мощных упругих и ударных волн [1, 3].

В дальнейшем планируется продолжить поиски оптимальных режимов облучения, позволяющих отжечь пленки Ni – W с формированием необходимой текстуры.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 19-79-20173).

Библиографические ссылки

1. Овчинников В.В. Радиационно-динамические эффекты. Возможности формирования уникальных структурных состояний и свойств конденсированных сред. *Успехи физических наук* 2008; 178(9): 991-1001.
2. Овчинников В.В., Гаврилов Н.В., Гущина Н.В., Каменецких А.С., Емлин Д.Р., Можаровский С.М., Филиппов А.В., Кайгородова Л.И. Радиационный отжиг полос алюминиевых сплавов АМг6,

- 1441 и ВД1 с использованием ленточного источника ускоренных ионов. *Металлы* 2010; 2: 62-69.
3. Ovchinnikov V.V. Nanoscale dynamic and long-range effects under cascade-forming irradiation. *Surface and Coating Technology* 2018; 355: 65-83.
4. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Mozharovsky S.M., Kaigorodova L.I. Restoration of plasticity of cold-deformed aluminium alloy by short-term irradiation with accelerated Ar^+ ions. *Surface and Coatings Technology* 2020; (389): 125504.
5. Родионов Д.П., Гервасьева И.В., Хлебникова Ю.В. Текстурированные подложки из никелевых сплавов. Екатеринбург: РИО УрО РАН; 2012. 108 с.
6. Gavrilov N.V., Mesyats G.A., Nikulin S.P., Radkovskii G.V., Eklind A., Perry A.J. A New Broad Beam Gas Ion Source for Industrial Applications. *J. Vac. Sci. Technol* 1996; (A 14): 1050-1056.
7. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J. Appl. Crystallogr.* 1969; 2(2): 65-71.

References

1. Ovchinnikov V.V. Radiation-dynamic effects. Potential for producing condensed media with unique properties and structural states. *Physics-Uspekh* 2008; 51(9): 955-974.
2. Ovchinnikov V.V., Gavrilov N.V., Gushchina N.V., Kamenetskikh A.S., Emlin D.R., Mozharovsky S.M., Filippov A.V., Kaigorodova L.I. Radiation annealing of AMg6, 1441, and VD1 aluminum alloy strips using a ribbon source of accelerated ions, *Russian metallurgy (Metally)* 2010; 3: 207-213.
3. Ovchinnikov V.V. Nanoscale dynamic and long-range effects under cascade-forming irradiation. *Surface and Coating Technology* 2018; 355: 65-83.
4. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Mozharovsky S.M., Kaigorodova L.I. Restoration of plasticity of cold-deformed aluminium alloy by short-term irradiation with accelerated Ar^+ ions. *Surface and Coatings Technology* 2020; (389): 125504.
5. Rodionov D.P., Gervas'eva I.V., Khlebnikova Yu.V. Teksturirovannye podlozhki iz nikelovykh spлавov. [Nickel alloy textured substrates]. Екатеринбург: РИО УрО РАН; 2012. 108 p. (In Russian).
6. Gavrilov N.V., Mesyats G.A., Nikulin S.P., Radkovskii G.V., Eklind A., Perry A.J. A New Broad Beam Gas Ion Source for Industrial Applications. *J. Vac. Sci. Technol* 1996; (A 14): 1050-1056.
7. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J. Appl. Crystallogr.* 1969; 2(2): 65-71.