

ПОРООБРАЗОВАНИЕ И ТЕРМОДЕСОРБЦИЯ В АЛЮМИНИИ, ОБРАБОТАННОМ В ГАЗОРАЗРЯДНОЙ ПЛАЗМЕ ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ

Д.С.Герцрикен¹⁾, Л.А.Крушинская²⁾, Д.В.Миронов³⁾, В.М.Миронов³⁾
А.В.Рясный¹⁾, В.М.Тышкевич¹⁾

¹⁾Институт металлофизики им.Г.В.Курдюмова НАН Украины, 01680, Киев-142, бул. Вернадского, № 36, тел. (044)4440531, Украина, e-mail: bob@t.kiev.ua

²⁾Институт электросварки им. Е.О.Патона НАН Украины, 03680, Киев-3, ул. Боженко, 11, тел. (044)2691196

³⁾Самарская государственная сельскохозяйственная академия, 446409, п. Усть-Кинельский Самарской обл., ул. Учебная, № 2, Россия, 4, e-mail: dmiron@mail.samtel.ru

Методами радиоактивных индикаторов, гидростатического взвешивания, акустической эмиссии, термодесорбции, микродюриметрии, электросопротивления и др. изучали процессы перераспределения атомов инертных газов, введенных в алюминий в плазме тлеющего разряда, образования пор и выхода газа при нагреве. Выявлены особенности термодесорбции алюминия, насыщенного инертным газом и смесью газов. Установлено, что распад твердого раствора металл-инертный газ в процессе нагрева происходит в несколько этапов, каждый из которых вносит свой вклад в формирование структуры металла.

Введение

Известно, что, образовавшиеся при ионной бомбардировке металлов твердые растворы металл-инертный газ являются метастабильными [1-3], поэтому любые последующие воздействия должны способствовать их распаду и дальнейшему перераспределению и миграции атомов инертных газов. К числу таких воздействий относятся нагрев в изотермических условиях и с постоянной скоростью.

Основная часть

Рассмотрим поведение атомов инертных газов в предварительно облученном в тлеющем разряде по методике [1] алюминии и термической стабильности систем Al – Ag, Al – Kr, Al – Xe, Al–Ne–H и Al–Ar–O. Полученные спектры термодесорбции гелия и водорода из алюминия при нагреве с постоянной скоростью (рис. 1)

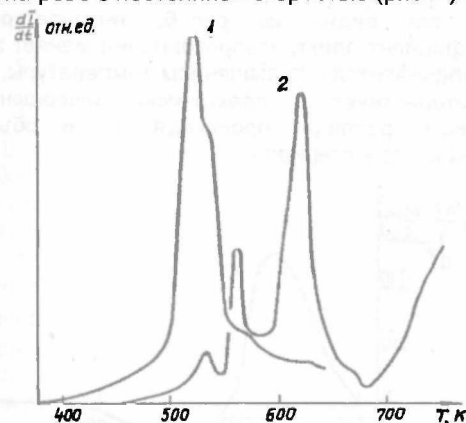


Рис. 1. Спектры термодесорбции водорода (1) и гелия (2) из облученного алюминия (скорость нагрева 10 град/мин.)

свидетельствуют о том, что выделение гелия и водорода из алюминия происходит, начиная от температур $\sim 0,45 T_{пл}$, и имеет немонотонный характер, на что указывает наличие пиков на спектрах термодесорбции как водорода, так и

гелия. Причем процессы выделения гелия и водорода взаимосвязаны, поскольку имеет место совпадение максимумов пиков их десорбции и подобие кривых газовой выделения практически на всех стадиях. Хотя процессы выделения газов взаимосвязаны, легко заметить, что на начальных стадиях термодесорбции преобладает выделение водорода, а на последних – выделяется преимущественно гелий. Это связывается авторами с тем, что водород, находящийся в составе комплексов H_mV_n ($m, n = 1, 2, \dots$), имеет гораздо меньшие величины энергии связи и энергии активации миграции, а, следовательно, и десорбции, чем гелий в подобных комплексах He_mV_n .

Следует также отметить, что количество гелия, выделившегося до плавления алюминия сопоставимо с тем количеством, которое выделяется жидким алюминием.

О характере превращений, происходящих при нагреве, и их влиянии на структуру и свойства облученного материала можно судить по температурным зависимостям ряда структурно-чувствительных свойств (электро-сопротивления, изменения удельного объема, микротвердости). Данные температурные зависимости отражают последовательные стадии распада твердого раствора металл-инертный газ, что хорошо согласуется с полученными в работе [1] результатами изучения скорости выделения криптона из алюминия. Как для системы Al–Ar–O, так и Al–Ne–H на начальной стадии теплового воздействия распад метастабильного твердого раствора идет с небольшой скоростью, и скорость выхода газа лимитируется в основном числом имеющихся в алюминии точечных дефектов типа свободных вакансий или комплексов, образованных этими дефектами. Термическая активация в этой области вызывает образование газовых пузырьков, имеющих микроскопические размеры ($0,1 \pm 0,04$ мкм) и находящихся непосредственно в объеме зерна, в то время как в работе [2] удалось зафиксировать на том же

этапе термообработки алюминия, содержащего только аргона, газовые микропузырьки размером $\sim 0,05$ мкм, локализованные по границам зерен и блоков. Этот этап легко выделить по изменению электросопротивления (рис. 2), довольно резкому изменению объема (рис. 3) и микротвердости (рис. 4). Изучение изменения электросопротивления при изотермических выдержках показало, что скорость распада твердого раствора характеризуется невысоким значением энергии активации 21,8 кДж/моль. При этом газовыделение не наблюдается.

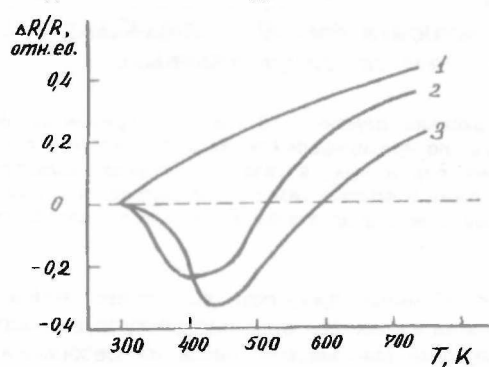


Рис. 2. Температурная зависимость электросопротивления Al в исходном состоянии (1), после насыщения инертным газом в смеси аргона и кислорода (2) и гелия и водорода (3) при скорости нагрева 10 град/мин

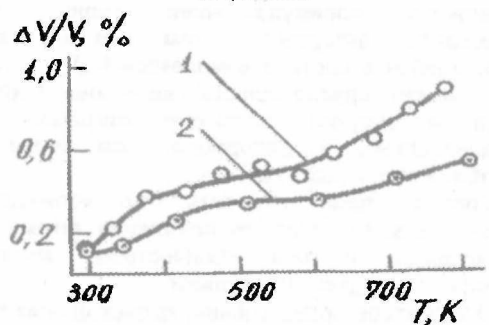


Рис. 3. Температурная зависимость изменения удельного объема облученного алюминия после насыщения инертным газом в смеси аргона и кислорода (1) и гелия и водорода (2) при длительности изотермических отжигов 15 мин

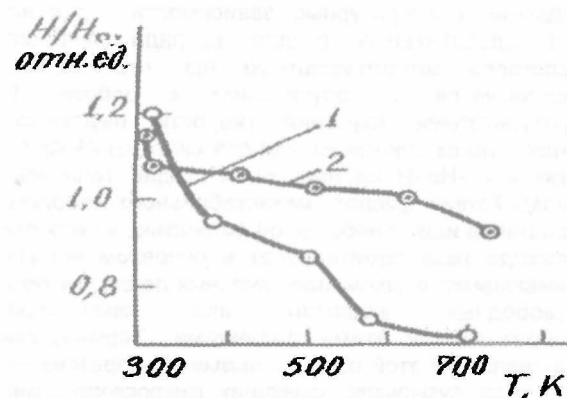


Рис. 4. Изменение микротвердости облученного алюминия с температурой: 1 - Al-Ar-O, 2 - A-He-H

Следует отметить, что различия в значениях температур, при которых наблюдается минимум электросопротивления, и температурных интервалов роста электросопротивления до исходного уровня могут быть связанными с влиянием водорода и кислорода на термическую стабильность системы.

Структура образца (Al - Ag - O) после двухчасовой изотермической выдержки, согласно данным электронной микроскопии (рис. 5 а), представляет собой зерна размером порядка $6,5 \pm 0,5$ мкм, среди которых встречаются участки более мелких зерен ($2,0 \pm 0,2$ мкм). С увеличением выдержки растет средний размер зерна (до $4,0 \pm 0,5$ мкм) и увеличивается количество и размеры пузырьков (рис. 5 б).

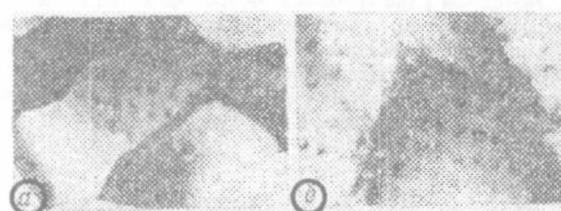


Рис. 5. Структуры образцов системы Al - Ag - O после отжига при 320 K в течение 2 ч, x 10200 (а); 4 ч, x 8080 (б)

При дальнейшем повышении температуры интенсивно протекают два конкурирующих процесса: продолжается распад метастабильного твердого раствора и диффузионное перемещение микропузырьков, приводящее к образованию газонаполненных пор. Скорость распада твердого раствора на этом этапе максимальна, о чем свидетельствует наблюдаемая наибольшая скорость изменения электросопротивления и удельного объема.

С дальнейшим ростом температуры скорость распада твердого раствора и интенсивность изменения объема образца резко падают. Кроме того, как видно из рис. 6, температурный коэффициент электросопротивления меняет знак и увеличивается с повышением температуры, что свидетельствует о практически завершеном процессе распада, происходящего в объеме облученного материала.

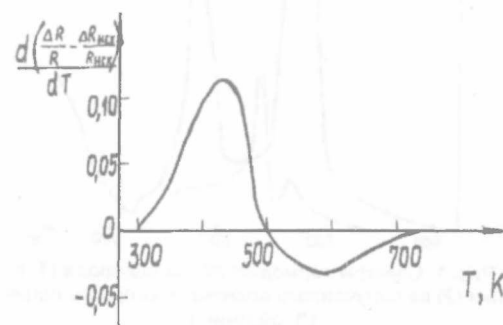


Рис. 6. Температурная зависимость $d\left(\frac{\Delta R}{R} - \frac{\Delta R_{\text{вс}}}{R_{\text{вс}}}\right)/dT$ для алюминия (система Al-He-H)

На этом этапе начинают образовываться макроскопические пузырьки, наблюдаемые на поверхности. Однако начальная температура, при которой замедляется распад твердого раствора, т.е. положение минимума на графике функции $\Delta R/R = f(T)$, различна для обеих систем: 400 К для Al-Ar-O и 435 К для Al-He-H. Это может быть связано не столько с различными инертными газами, применяемыми в двух системах, сколько с разным поведением кислорода и водорода в кристаллической решетке алюминия.

Процессы, происходящие при нагревании сплавов системы Al-Ar-O в области температур 450–580 К, а системы Al-He-H — 485–630 К, представляют особый интерес. Для обеих систем электросопротивление быстро растет, достигая первоначального значения, после чего продолжает увеличиваться. При этом интенсивность изменения удельного объема и микротвердости почти постоянна. Подобную картину резкого снижения скорости изменения объема при изотермических отжигах Al, насыщенного аргоном, наблюдали авторы [2]. А интенсивный рост электросопротивления с температурой в этом же интервале наблюдается для алюминия, содержащего ксенон (рис. 7).

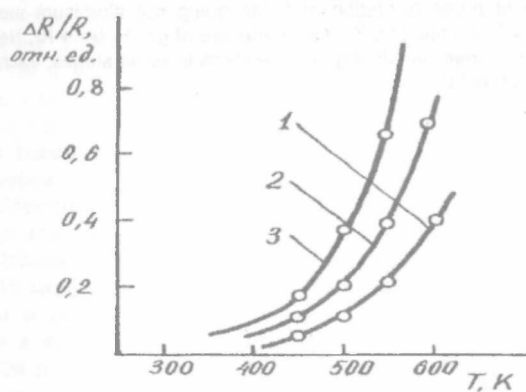


Рис. 7. Влияние температуры на электросопротивление алюминия, содержащего ксенон. Кривые получены для различных времен термического воздействия 7 (1), 11 (2) и 15 (3) ч

В отличие от того, что имеет место для систем Al-He, Al-Ar, Al-Ar-Kr, для которых характерна монотонная температурная зависимость, при 580 К для системы Al-Ar-O и 630 К для Al-He-H на температурной зависимости наблюдается перегиб, и с дальнейшим повышением температуры величина $\Delta R/R$ растет с тем же температурным коэффициентом, что и в случае необлученного алюминия. Наблюдается интенсивное увеличение объема образца за счет роста пор, залегающих в глубине матрицы. То, что процессы происходят преимущественно в глубине образца подтверждает результаты, приведенные в [1]. При этом продолжают падать темпы изменения микротвердости, то есть происходит дальнейшее разупрочнение матрицы. Судя по интенсивному выделению инертного газа, определенному в работе [1] по изменению

радиоактивности, можно сделать вывод, что ведущим процессом в этих температурных интервалах является термическая десорбция газа, сопровождающаяся интенсивным повышением давления в газовых порах и выходом газа из разрушающихся пузырей, находящихся на поверхности, о чем также свидетельствуют данные, полученные методом акустической эмиссии. В особенности это проявляется в той области температур, где преобладают диффузионные процессы, приводящие к направленному перемещению атомов аргона к поверхности образца (рис. 8). Следует отметить, что данные, полученные методом акустической эмиссии, также хорошо коррелируют с описанными ранее результатами исследования процессов распухания алюминия, содержащего инертные газы [2].

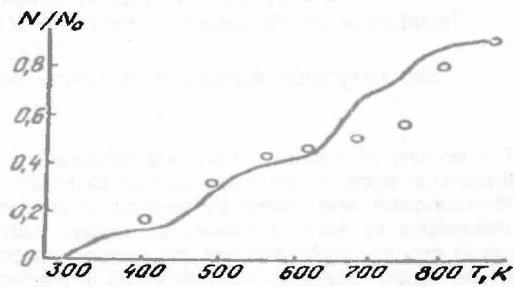


Рис. 8. Изменение сигналов акустической эмиссии в сплаве Al-Ar-O и радиоактивности алюминия, насыщенного криптоном ^{85}Kr , при нагреве. Сплошная линия – интенсивность акустических сигналов, точки – радиоактивность

Иллюстрацией данного процесса также являются автораддиографические данные. Действительно, сопоставление автораддиограмм-реплик распределения меченых атомов ^{85}Kr в металле после насыщения инертным газом и после изотермического отжига в течение 1 ч при 573 К (рис. 9) подтверждает наличие интенсивного роста пор в металле при термическом воздействии. Причем скорость процесса быстро возрастает с температурой. По своей кинетике он аналогичен процессу распада пересыщенных металлических твердых растворов для случая, когда лимитирующим фактором является не скорость зарождения, а скорость роста новой фазы.

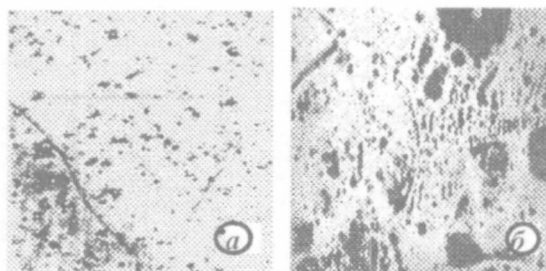


Рис. 9. Распределение атомов ^{85}Kr в алюминии после насыщения (а) и изотермического отжига (б); микроавтораддиограммы, $\times 650$

Заключение

Таким образом, можно сделать вывод, что распад твердого раствора металл-инертный газ в процессе нагрева происходит в несколько этапов, каждый из которых вносит свой вклад в формирование структуры и свойств металла, содержащего предварительно введенные в тлеющем разряде атомы того или иного инертного газа или смеси газов.

Список литературы

1. Ларионов Л.Н., Гуревич М.Е., Тышкевич В.М., Фальченко В.М. // УФЖ. - 1979. - Т.24, № 5. - С. 658-662.
2. Ларионов Л.Н., Гуревич М.Е., Дубовицкая Н.В., Купченко Л.М. // Диффузионные процессы в металлах, - Киев: Наук. думка, 1968. - С. 32-40.
3. Бобырь С.А., Герцикен Д.С., Миронов В.М., Тышкевич В.М. // Взаимод. излучений с твердым телом: Материалы IV Международной конференции. - Мн., 2001. - С. 60.

FORMATION OF PORES AND THERMAL DESORPTION IN ALUMINUM TREATED IN GAS-DISCHARGE PLASMA IN INERT GASES

D.S.Gertsriken¹⁾, L.A.Krushinskaya²⁾, V.M.Mironov³⁾, D.V.Mironov³⁾, A.V.Riasniy¹⁾, V.M.Tyshkevich¹⁾

¹⁾The Physics of Metal Institute in the name of G.V.Kurdiumov of the National Academy of Sciences of Ukraine, 01680, Kiev-142, Vemadsky avenue, 36, (044) 4440531, Ukraine

²⁾Institute of electric welding in the name of E.O. Paton NASU, 03680 Kiev-3, Bogenko street, 11, (044)2691196, Ukraine

³⁾Samarsky State Agricultural Academy, 446409, Ust – Kinelsky village by the Samara province, Utchebnaij street, 2, Russia

The learning of thermal stability was conducted on systems Al-Ar, Al-Kr, Al-Xe, Al-He-H and Al-Ar-O. Processes of redistribution of atoms of inert gases, gated in aluminum in plasma of a glow discharge, the pores formation and gas discharge at the subsequent heat studied by methods of radioactive indicators – radiometric sectioning, microautoradiography and autoradiography by electron microscope, volume determinations by Archimedes' principle, acoustic emission, thermal desorption, microhardness sectioning, the electroresistances etc. The comparison of results obtained by different methods, has shown their good correlation. The differences in regularities of weep of pores formation and gas going out aluminum are detected depending on what gaseous fluid was utilized in treatment: only noble gas (Ar, Kr, Xe) or mixture of gases (Ar + Kr, Ne + H₂, Ar + O₂). It is established, that the dissociation of a hard solution metal - inert gas during heat happens in some stages, each of which brings in the contribution to creation of structure and properties of metal.