

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ С МЕТАЛЛАМИ ПРИ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКЕ В ПЛАЗМЕ ДУГОВЫХ РАЗРЯДОВ

Д.С.Герцрикен¹⁾, В.М.Миронов²⁾, Д.В.Миронов²⁾, А.В.Рясный¹⁾, В.М.Тышкевич¹⁾

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

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

С помощью методов, основанных на применении радиоактивных изотопов, рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального анализов изучали перераспределение собственных атомов и инертных газов в металлах, обрабатываемых в плазме тлеющего разряда, при дополнительном наложении электрической дуги низкого давления. Установлены скорости миграции, глубины проникновения и формы концентрационных профилей и особенности распределения на микроуровне при действии дуговых разрядов.

Введение

Для изучения закономерностей поведения атомов инертных газов в кристаллической решетке твердых тел необходимо обеспечить эффективное насыщение газами как поверхности, так и объема металлических материалов. Одним из универсальных способов введения примесей в любой материал в строго контролируемом количестве, широко применяемым для легирования приповерхностных слоев, является ионная имплантация, основанная на бомбардировке поверхности твердых тел потоками высокоэнергетических ионов, источниками которых служат различные инжекторы заряженных частиц. В качестве высокоинтенсивного источника ионов с успехом может быть использована и низкотемпературная газоразрядная плазма, в частности, тлеющий и дуговой разряды. Однако обработка в тлеющем разряде является длительным процессом от нескольких до нескольких десятков часов [1]. Тем не менее можно повысить интенсивность обработки поверхности металлов путем использования комбинированного воздействия тлеющего разряда и импульсной электрической дуги низкого давления [2].

Основная часть

Обработку алюминия, титана, железа, никеля, нержавеющей стали в тлеющем разряде осуществляли в камере диодного типа диаметром 150 мм, изготовленной из нержавеющей стали. Расстояние между анодом, представляющим собой полый молибденовый цилиндр диаметром 30 мм и длиной 40 мм, и катодом составляло 150-200 мм. Образцы помещали в вакуумную камеру, которую откачивали до 10^{-4} Па и заполняли через систему напуска и очистки газовой средой до давления 10 - 1500 Па. Газовыми средами служили аргон, криптон ^{85}Kr и азот. Плотность тока составляла 0,5 - 40 мА/см² и ограничивалась как режимом горения тлеющего разряда, так и температурой образцов, не превышавшей 473 - 493 К. Перевод тлеющего разряда в дуговой, который позволяет производить циклическую обработку образцов, достигался путем плавного изменения напряжения в разрядном промежутке до достижения пробоя за счет параллельного подключения к аноду и катоду конденсатора с рабочим напряжением 3 кВ и емкостью 100 мкФ.

Кроме того для исследования влияния ионной бомбардировки в тлеющем и дуговом разрядах на перераспределение и миграцию собственных атомов поверхностных слоев на поверхность образцов электролитически наносили р/а изотопы титана ^{44}Ti , железа ^{55}Fe и никеля ^{63}Ni .

Для изучения распределения бомбардирующих ионов и атомов поверхностного слоя, проникающих с поверхности в глубь металла в процессе обработки в тлеющем разряде, использовали микрорентгеноспектральный, рентгеноструктурный, автордиографический и послойный радиометрический. При этом учитывалось влияние на реальную координату (h_i) каждого слоя относительно поверхности значительного изменения плотности приповерхностных слоев, обусловленного введением в металл больших количеств газа, находящегося как в твердом растворе, так и газонаполненных порах. Обычно расчет величины h_i , т.е. глубины проникновения меченых атомов проводят по формуле: $h_i = h_0 P_0 \cdot (P_0 - P_i)$, где h_0 и P_0 - начальные высота и масса образца, P_i - масса образца после снятия i -того слоя. Для точного определения координаты снятого слоя методом взвешивания при послойном радиометрическом анализе остаточной интегральной β -активности образца необходимо строить специальные графические зависимости, позволяющие переходить от значения глубины проникновения, измеренному весовым методом, к реальному значению. Для этого толщины снимаемых слоев определяют как весовым методом (X), так и непосредственным измерением с помощью оптического микроскопа ($x \approx 600$) или по автордиограммам "косого" шлифа (h). Наиболее сильно наличие газа проявляется на начальных участках концентрационной кривой. Согласно данным гидростатического взвешивания, для алюминия в слое толщиной 20 - 25 мкм, согласно данным гидростатического взвешивания, уменьшение плотности составляет от 4 до 5 %. В слое от 30 до 50 мкм - менее 1 % и на глубине ~ 70 мкм плотность обработанного металла становится сравнимой с плотностью исходного. Для титана изменение плотности является значительным в слое порядка 10 - 15 % мкм. Для железа, никеля и X18H10T — в слое $\sim 5 - 10$ мкм. При бомбардировке ионами азота данный эффект выражен гораздо слабее, так как введение азота не приводит к образованию и развитию по-

ристости. Однако его также необходимо принимать в расчет при определении координаты снятого слоя.

Проведенные эксперименты показали, что подобная комбинированная обработка сопровождается резким увеличением подвижности мигрирующих атомов. Скорость проникновения аргона и криптона в различные обрабатываемые материалы увеличивается более, чем на 1,5 - 2 порядка. Например, для стали X18H10T значения коэффициентов диффузии K_r составляют $8,1 \cdot 10^{-10}$ и $3,3 \cdot 10^{-11}$ см²/с соответственно для тлеющего и комбинированного разрядов, для железа эти величины равны $2,5 \cdot 10^{-10}$ и $6,8 \cdot 10^{-11}$ см²/с. При бомбардировке титана ионами аргона и азота это увеличение составляет соответственно 1,3 и 1 порядок. Аналогичным образом для никеля при бомбардировке ионами криптона, аргона и азота отмечен меньший прирост подвижности бомбардируемых ионов при комбинированном воздействии по сравнению с тлеющим разрядом. В то же время прирост значений D_{Kr} и D_{Ar} практически одинаков. И сами значения коэффициентов мало отличаются друг от друга. Глубина проникновения криптона в алюминий увеличивается в ~ 6 раз и становится равной 0,25 мм всего за 8 минут обработки (рис. 1). При этом подвижность атомов криптона в алюминии достигает величины $1,0 \cdot 10^{-7}$ см²/с, в то время как для проникновения атомов в условиях воздействия только тлеющего разряда характерно значение $2,1 \cdot 10^{-9}$ см²/с. Однако, при этом в силу специфики возникновения электрической дуги наблюдается неравномерное распределение проникающих атомов по поверхности, которое сохраняется на значительных глубинах до ~ 0,1 мм. Тем не менее, как видно из рис. 1, зависимость логарифма концентрации от квадрата глубины $\lg C = f(X^2)$ является прямой линией подобно тому, что наблюдается при обработке в тлеющем разряде с малой длительностью бомбардировки.

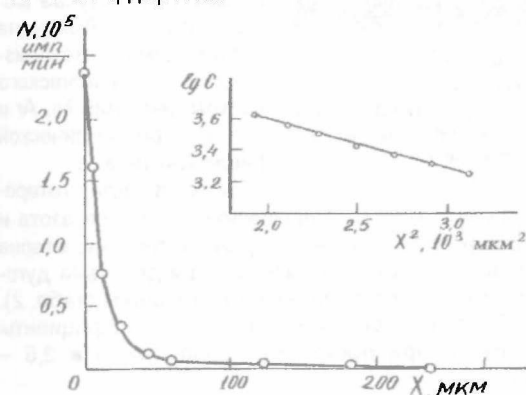


Рис. 1. Концентрационный профиль распределения криптона ^{85}Kr в алюминии под действием тлеющего и дугового разрядов в течение 8 мин. при температуре ~ 500 K ($D_{\text{кр}} = 1 \cdot 10^{-7}$ см²/с) и зависимость $\lg C = f(X^2)$

Отметим, что концентрационный профиль аргона в алюминии также описывается экспоненциальной зависимостью, и его глубина проникновения отличается от X_{Kr} на 8 - 10 %.

Проникновение инертных газов в аустенитную сталь характеризуется меньшим, чем для алюминия, приростом глубины проникновения - примерно в 2,5 - 3 раза (рис. 2). Однако прямая пропорциональность между логарифмом концентрации криптона и квадратом глубины его проникновения сохраняется. Аналогичные закономерности имеют место для Ni, α -Ti и α -Fe при таком же времени обработки (табл. 1).

Таблица 1

Глубины проникновения Kr и Ar (X, мкм)

Металл	Титан (ГПУ)	Железо (ОЦК)	Никель (ГЦК)
Kr	$X_{\text{тп}}$	10	8
	$X_{\text{двг}}$	22	19
Ar	$X_{\text{тп}}$	10	8
	$X_{\text{двг}}$	23	20

Следовательно, увеличение глубины проникновения атомов инертного газа под действием тлеющего разряда и электрической дуги проявляется на металлах, обладающих различным типом кристаллической структуры.

N , имп/мин

17500

15000

1500

500

0

0

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

70

75

80

85

90

95

100

105

110

115

120

125

130

135

140

145

150

155

160

165

170

175

180

185

190

195

200

205

210

215

220

225

230

235

240

245

250

255

260

265

270

275

280

285

290

295

300

305

310

315

320

325

330

335

340

345

350

355

360

365

370

375

380

385

390

395

400

405

410

415

420

425

430

435

440

445

450

455

460

465

470

475

480

485

490

495

500

505

510

515

520

525

530

535

540

545

550

555

560

565

570

575

580

585

590

595

600

605

610

615

620

625

630

635

640

645

650

655

660

665

670

675

680

685

690

695

700

705

710

715

720

725

730

735

740

745

750

755

760

765

770

775

780

785

790

795

800

805

810

815

820

825

830

835

840

845

850

855

860

865

870

875

880

885

890

895

900

905

910

915

920

925

930

935

940

945

950

955

960

965

970

975

980

985

990

995

1000

1005

1010

1015

1020

1025

1030

1035

1040

1045

1050

1055

1060

1065

1070

1075

1080

1085

1090

1095

1100

1105

1110

1115

1120

1125

1130

1135

1140

1145

1150

1155

1160

1165

1170

1175

1180

1185

1190

1195

1200

1205

1210

1215

1220

1225

1230

1235

1240

1245

1250

1255

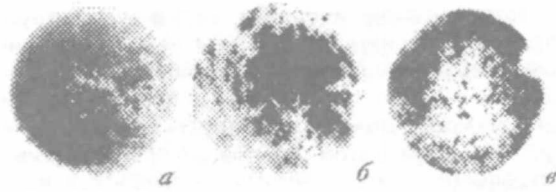


Рис. 4. Распределение атомов криптона в железе на поверхности (а) и в параллельных поверхности плоскостях на глубине 0,9 мкм (б) и 1,6 мкм (в) после комбинированной обработки в тлеющем и дуговом разрядах в течение 0,5 ч

Следует обратить, что на распределение атомов не влияет предшествовала ли комбинированной обработке длительная ионная бомбардировка в тлеющем разряде или к режиму дуговых разрядов переходили в первые же секунды обработки.

Переход режима горения разряда из тлеющего в режим импульсной электрической дуги низкого давления влияет не только на глубину проникновения бомбардирующих ионов, но и на скорость перемещения в глубь обрабатываемого металла атомов поверхностного слоя, нанесенных на поверхность перед ионной бомбардировкой (рис. 5).

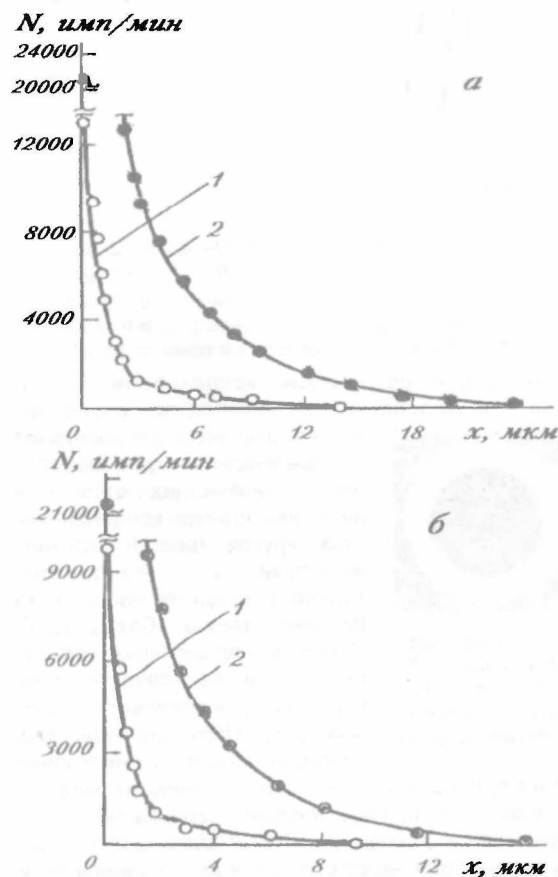


Рис. 5. Распределение атомов ^{60}Ni в Ti при обработке в тлеющем разряде в течение 1 ч (1) и комбинированном тлеющем и дуговом разрядах при $T = 20$ мин. (2) в среде аргона (а) и азота (б)

Коэффициенты диффузии никеля в титан при действии только тлеющего и комбинированного тлеющего и дугового разрядов составляют соответственно $7,5 \cdot 10^{-13}$ и $5,2 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}$ (бомбардировка ионами аргона) и $3,3 \cdot 10^{-13}$ и $2,2 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}$ (бомбардировка ионами азота). Как и для тлеющего разряда [4,5], при уменьшении времени обработки дуговыми разрядами снижается глубина проникновения никеля, азота и аргона, но не пропорционально времени, и скорость их миграции растет. Так, при уменьшении $t_{\text{об}}$ в 2 раза

$$D_{\text{Ni} \rightarrow \text{Ti}}^{\text{N}_2} = 4,1 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}, \quad D_{\text{Ni} \rightarrow \text{Ti}}^{\text{Ar}} = 7,5 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}.$$

Отметим, что глубины проникновения и коэффициенты диффузии никеля выше при бомбардировке ионами аргона как в тлеющем, так и дуговом разрядах. Кроме того атомы никеля проникают в титан на большую глубину, чем атомы азота (в 2 раза) и аргона (в 1,5 раза). Можно предположить, что все это связано с меньшей массой бомбардирующего иона, но более вероятным представляется другое объяснение. В процессе миграции атомы никеля растворяются в кристаллической решетке титана, образуя твердый раствор замещения, в то время как атомы азота образуют незначительное количество раствора внедрения в титане и нитриды Ti_2N и Ni_3N , сегрегирующие вблизи облучаемой поверхности (рис. 6), а атомы



Рис. 6. Микроструктура Ti с никелевым покрытием после обработки дуговыми разрядами в среде азота в течение 1,5 ч, $t = 300$

аргона создают твердые растворы вычитания в никеле и титане и мелкодисперсные газонаполненные поры, равномерно распределенные в матрице. Следовательно, большая подвижность атомов поверхностного слоя по сравнению с бомбардирующими ионами в этом случае может быть объяснена различными механизмами химического взаимодействия Ni , Ar и N_2 с кристаллической решеткой титана.

Как и для гетеродиффузии ($\text{Ni} \rightarrow \text{Ti}$) и проникновения ионов азота и инертных газов, для самодиффузии тоже характерна большая подвижность атомов при действии дуговых разрядов по сравнению с тлеющим (табл. 2). При бомбардировке ионами азота коэффициенты диффузии при обеих обработках ниже в 2,5 – раза.

Таблица 2
Коэффициенты самодиффузии (D , $\text{см}^2/\text{с}$) при обработке тлеющими (30 мин.) и дуговыми (5 мин.) разрядами в среде аргона

Металл	Титан	Железо	Никель
$D_{\text{тл}}$	$1,0 \cdot 10^{-11}$	$5,8 \cdot 10^{-12}$	$9,9 \cdot 10^{-13}$
$D_{\text{дуг}}$	$9,7 \cdot 10^{-11}$	$6,1 \cdot 10^{-11}$	$1,1 \cdot 10^{-11}$

Заключение

Из анализа приведенных результатов следует, что комбинированная обработка тлеющим разрядом и электрической дугой низкого давления является весьма перспективной для ускоренного насыщения приповерхностных слоев и объема металла инертными газами и другими элементами, причем можно создавать заданные концентрационные профили.

Список литературы

1. Лариков Л.Н., Гуревич М.Е., Тышкевич В.М., Фальченко В.М. // УФЖ. - 1979. - 24, № 5. - С. 658-662.
2. Герцикен Д.С., Мазанко В.Ф., Миронов В.М., Миронов Д.В., Рясный А.В. // Взаимод. излучений с твердым телом: Материалы IV Международной конференции. - Мн., 2001, С. 88-88.
3. Герцикен Д.С., Тышкевич В.М., Юрик Т.В. // Доповіді НАНУ. - 1993. - № 10. - С. 118-121.
4. Бобырь С.А., Герцикен Д.С., Миронов В.М., Тышкевич В.М. // Взаимод. излучений с твердым телом: Материалы IV Международной конференции. - Мн., 2001, С. 60-63/
5. Герцикен Д.С., Тышкевич В.М., Юрик Т.В. // Металлофизика. - 1990. - 12, № 4. - С. 55-57.

INTERACTION OF INERT GASES WITH METALS AT AN ION BOMBARDMENT IN PLASMA OF ELECTRIC ARCS

D.S.Gertsriken¹⁾, V.M.Mironov²⁾, D.V.Mironov²⁾, 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⁾Samarsky State Agricultural Academy, 446409, Ust – Kinelsky village by the Samara province, Utchebnaj street., 2, Russia.

Processes of self- and heterodiffusion and penetration of bombarding ions into metals subjected to processing in plasma of a glow discharge and combined processing consisting of a glow discharge and an electric arc of low pressure were studied by methods of radioactive indicators – radiometric sectioning, microautoradiography and autoradiography by electron microscope, microX-ray and X-ray diffraction analyses. The experiments realized on metals with the different type of a crystal lattice: aluminum, nickel, austenitic of steel (face-centered cubic lattice – f.c.c.), titanium (close-packed hexagonal lattice – c.p.h.) and iron (body-centered cubic lattice – b.c.c). An argon, krypton and nitrogen were applied as bombarding ions. The difference in mobility of atoms and bombarding ions, depths of their penetration, forms of the concentration profiles, phase compositions of a diffusion zone at both processing are determined. The redistribution of radioactive traces on a surface and in a parallel surface planes under electric arc loading after glow discharge is installed. The output is made about acceleration of diffusion processes at operation on metals of electric arcs.