

ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ДИНАМИЧЕСКИХ ЭФФЕКТОВ В СПЛАВЕ Al- 4 ВЕС. % Cu ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ГАЗОВЫМИ И МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ИОНАМИ

Н.В. Гуцина¹⁾, В. В. Овчинников¹⁾, Б. Голобородский¹⁾, Arndt Mucklich²⁾, Egbert Wieser²⁾

¹⁾Институт электрофизики УрО РАН, г. Екатеринбург, 620016, ул. Амурдсена 106,
e-mail: vladimir@iep.uran.ru

²⁾Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Forschungszentrum Rossendorf e. V.,
D-01314 Dresden, PF 510119, Germany, e-mail: e.wieser@fz-rossendorf.de

Проведено экспериментальное исследование влияния облучения газовыми и металлическими ионами на процессы распада пересыщенного твердого раствора модельного дисперсионно-твердеющего сплава Al + 4 вес. % Cu. С помощью измерений микротвердости, рентгеноструктурного анализа и электронной микроскопии высокого разрешения установлено, что облучение уже при низких температурах вызывает распад твердого раствора с выделением частиц θ' и θ -фаз на глубине, превышающей проективные пробеги ионов на несколько порядков величины.

Введение

В последние десятилетия в России и за рубежом интенсивно развиваются исследования по воздействию на поверхность твердого тела пучков заряженных частиц. В серии работ [1-5], выполненных в лаборатории пучковых воздействий Института электрофизики УрО РАН зарегистрированы радиационно-динамические (РД) фазовые превращения в метастабильных средах при облучении пучками ускоренных ионов, внешне напоминающие явления горения и детонации, приводящие к переходу этих сред в равновесное или близкое к равновесному состоянию (за исключением зоны глубиной в несколько проективных пробегов ионов R_p , подвергаемой непосредственному деструктивному воздействию ионов).

Зарегистрированные превращения характеризуются весьма высокой скоростью протекания. Глубина наблюдаемых превращений в отдельных случаях достигает нескольких сотен микрометров, что более чем в 10^4 раз превышает проективный пробег ионов R_p . Это явление оказалось достаточно общим. Оно наблюдалось при воздействии ионных пучков на сплавы систем Fe-Ni, Fe-Al, Fe-Si, Fe-Mn, FePdAu, а также на ультрамелко-зернистые Fe и Cu (с размером микрокристаллитов ~ 0.2 мкм), при энерговложениях не вызывавших сколько-нибудь существенного нагрева этих материалов [1-5]. Все обнаруженные превращения удается инициировать ионным облучением при температурах существенно (на 100-200°C) более низких, по сравнению с аналогичными термостимулированными процессами. Структурное состояние и физические свойства веществ, подвергнутых ионно-лучевому воздействию, существенно отличаются от соответствующего состояния и свойств веществ после обычной термической обработки или других традиционных видов воздействия [2, 4, 5]. В ряде случаев удалось получить уникальные электрические, магнитные и механические и др. свойства материалов [4, 5].

Представляет интерес исследование радиационно-динамических процессов в сплавах с различным типом структурных фазовых и внутрифазовых превращений. Это касается формирования

ближнего и дальнего атомного порядка, образования новых фаз по диффузионному и бездиффузионному механизмам, в том числе, особенностей начальных стадий превращения, например, стимулированного облучением зародышеобразования и выделения дисперсных фаз.

В данной работе проведено экспериментальное исследование влияния облучения газовыми (Ar^+) и металлическими (Al^+ , Cu^+) ионами на распад пересыщенного твердого раствора модельного дисперсионно-твердеющего сплава Al + 4 вес. % Cu.

Как известно, развитие процесса распада пересыщенного твердого раствора этого сплава по мере повышения температуры нагрева или при увеличении времени выдержки при постоянной температуре происходит в несколько стадий с образованием: 1) зон Гинье-Престона (ЗГП) пластинчатой формы толщиной в 1-3 атомных слоя, параллельных плоскостям $\{100\}$, обогащенных атомами меди; 2) когерентных выделений метастабильной фазы θ'' ; 3) частично когерентных выделений θ' -фазы; 4) некогерентных частиц стабильной θ -фазы ($CuAl_2$) [6].

Такой последовательностью фазовых превращений при распаде объясняется упрочнение и последующее разупрочнение данного сплава. Значительное упрочнение в ходе старения при 110-190°C связано с наличием промежуточных метастабильных фаз θ'' и θ' (относительное количество выделений θ' - фазы составляет 3-10%), служащих препятствием для движения дислокаций. Последующая стадия – нарушение когерентности между матрицей и выделениями метастабильных фаз, образование и коагуляция стабильных фаз – обуславливает снижение прочности. Следует отметить, что четвертая стадия старения наблюдается лишь при нагреве до температуры порядка 300-400°C.

Основная часть

Образцы сплава Al + 4 вес. % Cu в виде фольги толщиной 100 мкм после закалки в воде от 520°C были подвергнуты облучению ионами Ar^+ , Al^+ и Cu^+ . Параметры ионной имплантации приведены в таблице.

Вид воздействия	Параметры ионного пучка			Время, мин	Доза облучения, ион/см ²
	i , мкА/см ²	E , кэВ	R_p , нм		
Облучение ионами Ag^+ , $m=39,962$	200	20	22,5	0,3	$2 \cdot 10^{16}$
				5	$3 \cdot 10^{17}$
				15	$1 \cdot 10^{18}$
				30	$2 \cdot 10^{18}$
Облучение Al^+ , $m=26,982$	180	30	44,2	4	$1 \cdot 10^{16}$
				40	$1 \cdot 10^{17}$
				380	$1 \cdot 10^{18}$
Облучение Cu^+ , $m=62,93$	50	65	43,4	6	$1 \cdot 10^{16}$
				60	$1 \cdot 10^{17}$
				590	$1 \cdot 10^{18}$

Облучение непрерывными пучками ионов Ag^+ проводилось с использованием ионного источника с холодным полым катодом на основе тлеющего отражательного разряда. Образец прикреплялся к медному коллектору теплопроводящей пастой с целью обеспечения хорошего теплоотвода. Облучение металлическими ионами проводилось сканирующим ионным пучком (сечением 5 мм, частотой 10 Гц, площадь сканирования составляла 5×5 см² (для пучка ионов Al^+) и 4×4 см² (Cu^+) на ускорителе IMSA-100 (Исследовательский Центр Росендорф, Германия).

В ходе облучения осуществлялся контроль температуры мишени. При облучении мощными пучками ионов Ag^+ при самом длительном (в течение 30 мин) воздействии пучком образец нагрелся до 60°C. Режимы облучения металлическими ионами подбирались таким образом, чтобы температура мишени также не превышала 60°C.

Для исследования структурно-фазового состояния образцов после облучения были использованы: метод измерения микротвердости по Виккерсу ($P=20, 40$ г); метод кинетической микротвердости (измерение в процессе непрерывного вдавливания индентора; $P=5$ г), предназначенный прежде всего для исследования поверхностных свойств материала; рентгеноструктурный анализ; электронная микроскопия высокого разрешения (ЭМВР).

Результаты измерений микротвердости образцов, облученных металлическими ионами, представлены на рис. 1. Глубина проникновения индентора при нагрузке 5г составила примерно 4 мкм, а при нагрузке 40 г - 8-10 мкм. Измерение микротвердости образцов с различными нагрузками показало, что радиационно-динамическое воздействие выше вблизи облучаемой поверхности. В то же время видно, что распад твердого раствора протекает на глубине, превышающей проективные пробеги ионов в сотни раз.

Как и при облучении металлическими ионами, так и при облучении ионами Ag^+ (рис. 2, а) в области низких доз облучения наблюдается небольшой рост микротвердости по сравнению с

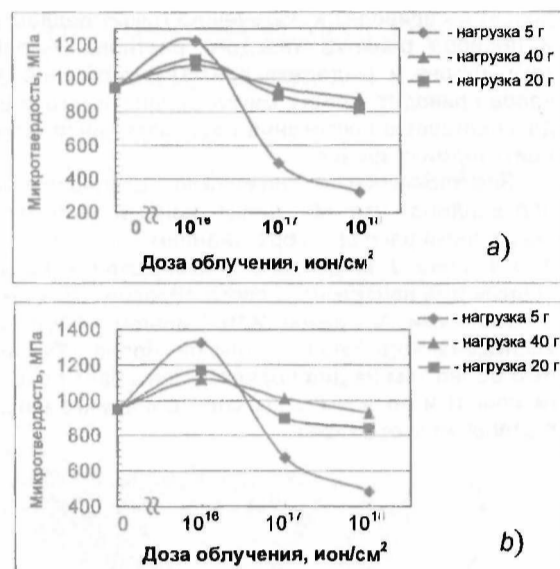


Рис. 1. Изменение микротвердости образцов после различных режимов облучения ионами а) - Al^+ , б) - Cu^+

исходным закаленным образцом. При дальнейшем увеличении экспозиции микротвердость снижается. Рентгеноструктурный анализ образцов, облученных газовыми ионами свидетельствует о том, что одновременно с падением микротвердости наблюдается увеличение периода решетки твердого раствора (рис. 2, б).

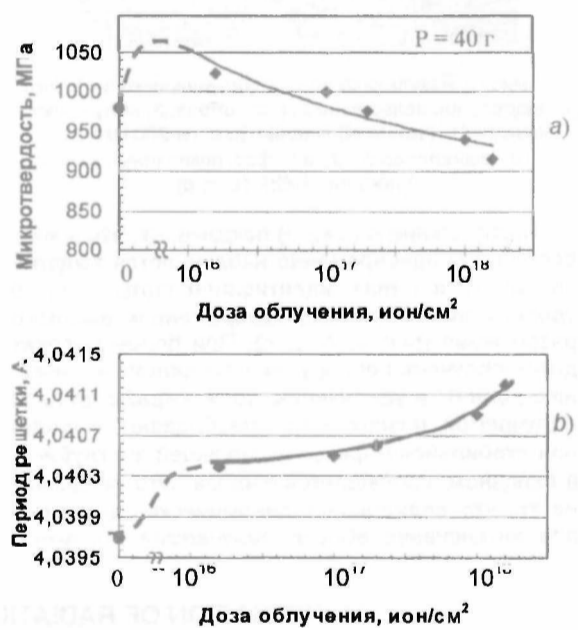


Рис. 2. Изменение микротвердости и периода решетки твердого раствора сплава $Al + 4$ вес. % Cu в ходе облучения ионами Ag^+

Это указывает на то, что уже при малых дозах облучения и низких температурах ($< 60^\circ C$) происходит распад твердого раствора с выделением частиц вторых фаз. Следует отметить, что непрерывный нагрев закаленного образца в масле до 60°C в течение 30 мин (ход кривой нагрева аналогичен нагреву мишени при облучении высокой

дозой) не приводит к изменению микротвердости и периода решетки твердого раствора. Более того, нагрев и выдержка при 60°C в течение 8 часов приводит к росту микротвердости, что свидетельствует о протекании лишь начальной (зонной) стадии старения.

Электронно-микроскопическое исследование подтвердило, что облучение ионами вызывает ускоренный распад с образованием частиц θ'' и θ' -фаз. На рис. 3 представлены изображения, полученные для поперечного среза образца, облученного ионами Ag^+ дозой $2 \cdot 10^{16}$ ион/см². Глубина исследованного слоя составила более 600 нм (что более чем на два порядка превышает пробеги ионов) и во всем этом слое обнаруживаются выделения вторых фаз.

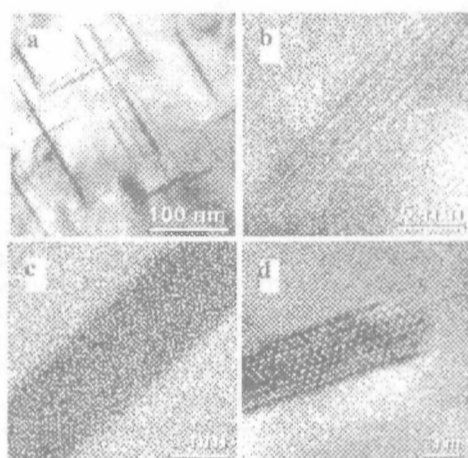


Рис. 3. Результаты электронно-микроскопического исследования поперечного среза образца, облученного ионами Ag^+ (время облучения 20 с, $j = 200$ мкА/см²): а - выделения θ' , θ'' , и θ -фаз, показанные на изображении ЭМВР (b, c, d).

Изображение а (рис. 3) показывает, что в микрорайонах одновременно наблюдаются выделения θ'' , θ' и θ -фаз, идентифицировать которые удалось по электронным изображениям высокого разрешения (рис. 2, b, c, d). При более высоких дозах облучения обнаружена тенденция к снижению доли θ'' и увеличению доли θ' -фазы. Вблизи облучаемой поверхности преобладают выделения стабильной θ -фазы, на большей же глубине, в основном, наблюдается θ' -фаза. Это указывает на то, что радиационно-динамическое воздействие интенсивнее вблизи облучаемой поверхно-

сти. В то же время протяженность зоны выделения θ и особенно θ' -фазы многократно превышает проективные пробеги ионов.

Наряду с аргументами в пользу нетепловой природы воздействия ионных пучков на процесс распада твердого раствора, следует учесть сильное влияние малых доз облучения, что свидетельствует о преобладающей роли радиационно-динамических, а не накопленных статических напряжений.

Заключение

Таким образом, установлено, что облучение газовыми и металлическими ионами пересыщенного твердого раствора Al + 4 вес. % Cu вызывает его распад с выделением частиц вторых фаз уже при низких температурах (при которых в ходе нагрева протекает лишь зонная стадия старения, и то только при длительных выдержках). При этом глубина, на которой происходит выделение фаз, превышает глубину проникновения ионов более чем на порядок (а с учетом данных микротвердости, на несколько порядков) величины, что в сочетании с сильным влиянием малых доз облучения служит доказательством наличия радиационно-динамического вклада в изменение структуры твердых тел при воздействии на них ускоренных ионов. На несколько порядков возрастает скорость старения (по сравнению с обычным термостимулированным старением при той же температуре).

Работа выполнена в рамках международного проекта Минпромнауки (RUS 01/231), а также при содействии Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант № Урал 01-02-96428) и Программы государственной поддержки ведущих научных школ РФ (грант № НШ-639.2003.2).

Список литературы

1. Бородин С.Н., Крейндел Е.Ю., Месяц Г.А., Овчинников В.В. // Письма в ЖТФ, 1989, т. 15, вып. 17, с. 51-55.
2. Kreindel Yu.E., Ovchinnikov V.V. // Vacuum, 1990, V.42, N 1/2, pp. 81-83.
3. Syutkin N.N., Ovchinnikov V.V., Talantsev E.F., Chernoborodov V.I. // Philosophical Magazine A, 1994, vol.70, N 3, pp. 439-445.
4. Ovchinnikov, Chernoborodov V.I., Ignatenko Yu.G. // Nucl.Instrum. and Meth. in Phys.Res. , 1995, B 103, pp. 313-317.
5. Goloborodsky B.Yu., Ovchinnikov V.V., Semenkina V.A. // Fusion Technology. Vol. 39. May 2001, p.1217-1228.
6. Металловедение алюминия и его сплавов./Под ред. И.Н.Фриндлендера. М.: Металлургия, 1983, 112 с.

INVESTIGATION OF RADIATION-DYNAMIC EFFECTS IN ALLOY Al – 4 wt. % Cu UNDER IRRADIATION WITH GASEOUS AND METALLIC IONS

N.V. Gushchina¹, V.V. Ovchinnikov¹, B.Yu. Goloborodsky¹, Arndt Mücklich², Egbert Wieser²

¹Institute of Electrophysics UB RAS, 106 Amundsen Str., Yekaterinburg 620016, Russia, vladimir@iep.uran.ru

²Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Forschungszentrum Rossendorf e.V., D-01314 Dresden, PF 510119, Germany, e.wieser@fz-rossendorf.de

Experimental investigation of the effect of irradiation with gaseous and metallic ions on the processes of decomposition of model precipitation-hardening alloy Al + 4 wt.% Cu was carried out. It was established, using the methods of microhardness measuring, X-ray structural analysis and high-resolution electron microscopy, that, already at low temperatures, irradiation causes solid solution decomposition, with precipitation of θ' and θ'' -phase particles at a depth exceeding the ions projected range by several orders of magnitude.