

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ микро-PIXE

А.Г. Пономарев, Д.В. Магилин, К.И. Мельник, В.А. Ребров, А.В. Романенко,
В.И. Мирошниченко, В.Е. Сторишко

Институт прикладной физики Национальной академии наук Украины, ул. Петропавловская
58, 40030, Сумы, Украина, тел.: +38 0542 333018, e-mail: ponom@ipflab.sumy.ua

Рассмотрено применение ядерного сканирующего микронзонда для анализа композитного материала «нержавеющая сталь»/Cu/Nb/Zr1Nb, полученного твердофазным соединением методом горячей вакуумной прокатки. В этом материале в качестве тонких прослоек использованы материалы Cu и Nb. Получены двумерные карты распределения элементов в районе соединительных швов методом микро-PIXE. Анализ результатов показал, что для образца подверженного термоциклическим нагрузкам наблюдается локальное повышение концентрации S и Ti на границе стали/Cu.

Введение

Швы, полученные при твердофазном соединении различных материалов, обладают высокими адгезионными и прочностными свойствами в исходном состоянии. Однако воздействие высоких тепловых потоков и радиационных нагрузок в атомных энергетических установках приводит к образованию вблизи соединительного шва интерметаллидных фаз, и создаются условия для диффузии микропримесей с образованием различного рода выделений. Эти структурные изменения могут приводить к ухудшению прочностных характеристик конструкции в целом. Одним из возможных решений повышения долговечности конструкций является введение дополнительных промежуточных тонких барьерных или демпфирующих прослоек, которые могут обеспечить необходимые конструкционную прочность, коррозионную стойкость и другие эксплуатационные свойства [1]. Для определения эволюции химических элементов в области соединительного шва при моделировании эксплуатационных нагрузок был использован метод микро-PIXE, который основан на регистрации характеристического рентгеновского излучения индуцированного протонами сфокусированного пучка с энергией нескольких МэВ. Этот метод реализован на ядерном сканирующем микронзонде (ЯСМЗ) Института прикладной физики НАН Украины. Метод позволяет получать двумерные карты распределения химических элементов в приповерхностных слоях толстых образцов. Предельная чувствительность метода находится на уровне ~1 ppm.

Экспериментальная установка ЯСМЗ

ЯСМЗ является одним из каналов аналитического ускорительно комплекса ИПФ НАНУ на базе компактного электростатического ускорителя с максимальным напряжением на высоковольтном терминале 2 МВ. В зондоформирующей системе применены два интегрированных дублета новой конструкции [2]. Вариант питания линз - «русский квадруплет» [3]. Ферромагнитная сканирующая система имеет послелинзовое расположение. Мишенная камера снабжена двухкоординатным механизмом позиционирования образцов, проводниковыми детекторами регистрации характеристического рентгеновского излучения (PIXE) и обратно рассеянных ионов (RBS), детектором вторичных электронов, интегратором тока пучка и

оптическим микроскопом с CCD. Все детектирующие устройства управляются специализированной системой сбора данных, которая производит одновременный сбор информации в режиме «event-by-event» с накоплением ее на внешнем носителе компьютера, обработкой и визуализацией в режиме online [4]. Общий вид канала ЯСМЗ показан на рис. 1. Разрешение микронзонда определялось при сканировании микрометрических калибровочных медных сеток в режиме детектирования вторичной электронной эмиссии и составляет 2 мкм при токе пучка протонов ~100 пкА [5].

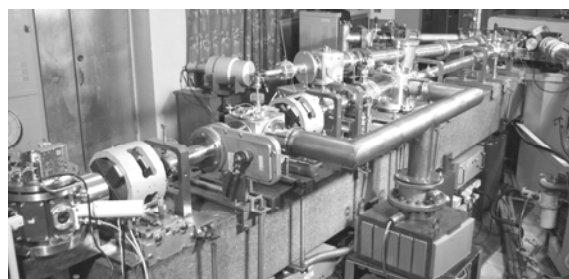


Рис. 1. Общий вид канала ЯСМЗ ИПФ НАНУ

Образцы и условия эксперимента

Твердофазное соединение различных сортов материалов было выполнено на оборудовании горячей вакуумной прокатки ННЦ ХФТИ, г. Харьков, Украина. Схема получения соединения показана на рис. 2.

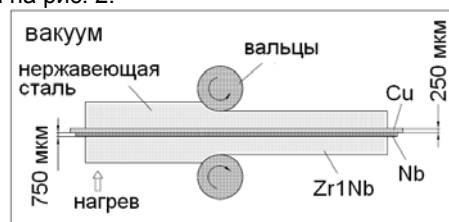


Рис. 2. Схема получения твердофазного соединения «нержавеющая сталь»/Cu/Nb/Zr1Nb

Для измерений были взяты два образца композиционного материала «нержавеющая сталь»/Cu/Nb/Zr1Nb. Исходный образец являлся композитом, полученным твердофазным соединением с помощью вакуумной горячей прокатки. Термоциклированный образец являлся композитом, который был подвержен термической нагрузке близкой к условиям эксплуатации. Из многослойных композитов перпендикулярно плоскости

соединительного шва вырезались пластины, которые подвергались последующей двухсторонней шлифовке.

Метод микро-PIXE реализовывался на ЯСМЗ ИФП НАНУ, облучение производилось протонным пучком с энергией 1,4 МэВ, размер зонда около 3 мкм, ток ≈ 300 пкА. Изменение положения пучка в области сканирования осуществлялось по величине набранного заряда. Растр сканирования 100×100 пикселей, шаг сканирования 1 мкм. Время набора интегрального спектра составляло 1,5...2,0 часа.

Результаты и анализ измерений

Набор спектрометрической информации производился в каждом положении зонда, и каждое событие маркировалось энергией E_i рентгеновского кванта и местоположением зонда (x_i , y_i) в растре сканирования. Интегральный спектр обрабатывался с помощью программы GUPIXWIN [6], в результате чего определялось наличие химических элементов в растре сканирования. В дальнейшем расположение каждого элемента в растре определялось с помощью установленного энергетического окна за счет вырезания сигнала из каждого элементарного спектра в пикселе. Таким образом, были получены карты выхода на конкретной линии характеристического рентгеновского излучения (рис. 3, 4).

Так как набор спектрометрической информации проводился при условии контроля одинакового накопленного заряда в каждом пикселе, то при равном количестве ионов на точку раstra полученная карта несет качественную и в определенной мере количественную информацию о распределении рассматриваемого химического элемента в растре сканирования. На рис. 3 и 4 показаны карты распределения элементов Fe, Cu, S, Ti в области границы шва «нержавеющая сталь»/медь, которые показывают характерные особенности распределения основных и примесных элементов.

Заключение

Проведено измерение распределения элементов в области шва композитного материала, полученного при помощи твердофазной сварки, которая позволяет соединять циркониевые сплавы со сталями. Показано, что в образцах, не подвергавшихся термообработке, распределение основных и примесных элементов в слое стали имеет равномерный характер. В слое меди наблюдаются локальные включения серы размерами 5...10 мкм. В образце, который подвергался термообработке, наблюдается концентрирование титана в слое стали и образование точечных структур с размерами 3...5 мкм. Неравномерное

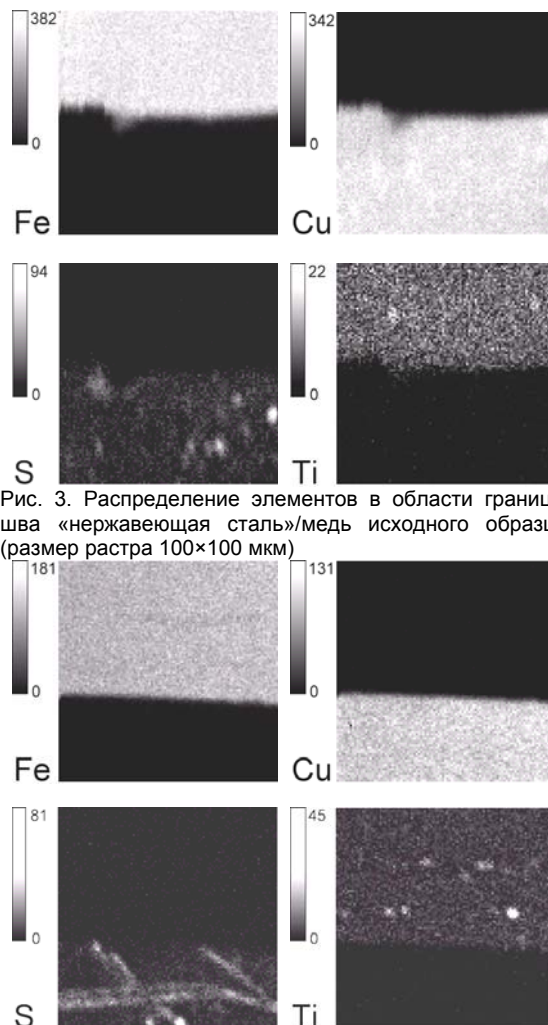


Рис. 3. Распределение элементов в области границы шва «нержавеющая сталь»/медь исходного образца (размер раstra 100×100 мкм)

Рис. 4. Распределение элементов в области границы шва «нержавеющая сталь»/медь термоциклированного образца (размер раstra 100×100 мкм)

распределение серы в этом слое имеет продольно поперечные структуры, что может быть связано с сегрегацией серы на границах зерен меди.

Список литературы

1. Борц Б.В., Неклюдов И.М., Лопата А.Т. и др. // ВАНТ. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2005. – 5. – С. 156
2. Rebrov V.A., Ponomarev A.G., Palchik V.K., Melnik N.G. // Nucl. Instr. and Meth. B. – 2007. – Vol. 260. – P. 34.
3. Дымников А.Д., Явор С.Я. // ЖТФ. – 1963. – Т. 33. – 7. – С. 851.
4. Sayko N.A., Ponomarev A.G., Drozdenco A.A. // Nucl. Instr. and Meth. B. – 2007. – 260. – P. 101.
5. D.V. Magilin, A.G. Ponomarev, V.A. Rebrov et al. // Nucl. Instr. and Meth. B. – 2009. – 267. – P. 2046.
6. <http://pixe.physics.uoguelph.ca>

INVESTIGATION OF ELEMENT DISTRIBUTION IN CONSTRUCTIONAL MATERIALS BY micro-PIXE TECHNIQUE

A.G. Ponomarev, D.V. Magilin, K.I. Melnik, V.A. Rebrov, A.V. Romanenko, V.I. Miroshnichenko, V.E. Storizhko
Institute of applied physics National academy of sciences of Ukraine, Petropavlovskaja Str., 58, 40030, Sumy, Ukraine, tel.: +38 0542 333018, e-mail: ponom@ipflab.sumy.ua

The present work deals with a composite material "stainless steel/Cu/Nb/Zr1Nb" obtained by solid-phase joining via hot vacuum rolling. This material has Cu and Nb as thin interlayers. Two-dimensional maps of elements distribution near joint region are obtained via micro-PIXE with a scanning nuclear microprobe. Investigations have shown that in a sample exposed to thermocyclic loads a joining area has S and Ti concentration which has risen in the "stainless steel/Cu" region.