Math-Net.Ru

Общероссийский математический портал

В. А. Барвинок, А. В. Рясный, Влияние низкоэнергетической плазменной обработки на физико-механические свойства и структуру алюминия и его сплавов, *Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки*, 2009, выпуск 2(), 193–199

DOI: <https://doi.org/10.14498/vsgtu715>

Использование Общероссийского математического портала Math-Net.Ru подразумевает, что вы прочитали и согласны с пользовательским соглашением

<http://www.mathnet.ru/rus/agreement>

Параметры загрузки:

IP: 54.210.77.194

26 апреля 2023 г., 16:34:04

Физика твёрдого тела

УДК 539.21:539.12.04; 538.951-405

ВЛИЯНИЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРУ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

В. А. Барвинок, А. В. Рясный

Самарский государственный аэрокосмический университет им. ак. С. П. Королёва,
443086, Самара, Московское ш., 34.

E-mails: barvinok@ssau.ru, rasyanyi@mail.ru

С помощью комплекса экспериментальных методов изучены физико-механические свойства и структурные превращения в алюминии и его сплавах, обработанных низкоэнергетической плазмой тлеющего разряда гелия. После газоразрядной обработки низкоэнергетическими ионами He алюминия и его сплавов с магнием наблюдается улучшение их пластических свойств, обусловленное повышением однородности пластической деформации при наличии газовых микропузырьков. Установлено, что при последующем тепловом воздействии в алюминии протекают два конкурирующих процесса — распад метастабильного твёрдого раствора и эволюция газовой пористости.

Ключевые слова: плазменная обработка, низкоэнергетические ионы гелия, алюминий и сплавы, пластичность, структура, метастабильный твердый раствор, гелиевые микропузырьки.

При изучении взаимодействия заряженных частиц с твердым телом общепринятой является точка зрения о том, что модификация материалов имеет место лишь при достаточно больших энергиях бомбардирующих частиц (свыше 10 кэВ). Однако было установлено [1–3], что существенная модификация кристаллических материалов происходит и при энергии ускоренных частиц менее 5 кэВ, то есть в условиях газового тлеющего разряда. В частности, такая бомбардировка низкоэнергетическими ионами инертных газов может значительно изменить механизмы процессов, протекающих на поверхности мишени. Низкоэнергетическая плазменная обработка приводит к образованию активных областей в результате увеличения концентрации свободных связей при имплантации адсорбированных примесей и миграции атомов обрабатываемых материалов с поверхности при последующем увеличении концентрации различных дефектов как в приповерхностных слоях, так и в объёме материала.

Известно, что во многих случаях облучение гелием приводит к весьма нежелательным последствиям (изменению свойств внешней обшивки космических аппаратов, газовому распуханию, радиационному охрупчиванию, эро-

Виталий Алексеевич Барвинок (д.т.н., проф., чл.-кор. РАН), зав. кафедрой, каф. производства летательных аппаратов и управления качеством в машиностроении. *Александр Валентинович Рясный* (к.ф.-м.н., доцент), доцент, каф. производства летательных аппаратов и управления качеством в машиностроении.

зии поверхности стенок экспериментальных термоядерных реакторов, разрушению катодов и люминофоров в газоразрядных приборах) и, как следствие, к резкому сохранению ресурса их работы. Поэтому выявление механизмов влияния облучения гелием на поведение конструкционных материалов имеет не только научное, но и практическое значение.

Так, например, с целью повышения достоверности прогнозирования эксплуатационных характеристик первой стенки и других элементов проектируемого термоядерного реактора необходимо проведение исследования накопления и состояния гелия в материалах в условиях, максимально приближенных к эксплуатационным. Это вызвало заметное расширение дореакторных имитационных исследований материалов, позволяющих получить экспрессную научную информацию.

В связи с этим данная работа посвящена исследованию структурных превращений и физико-механических свойств алюминия и его сплавов с магнием, обработанных плазмой тлеющего разряда гелия.

Облучение образцов поликристаллического алюминия чистотой 99,99% и его сплавов с магнием проводилось на установке ВУП-5М с использованием плазмы нормального тлеющего разряда гелия. Напряжение горения разряда $2,0 \pm 0,2$ кВ, плотность тока 1 мА/см^2 , время обработки 3 часа, что составляет дозу облучения $\Phi = 2,5 \times 10^{23} \text{ м}^{-2}$. Температура образцов контролировалась специально введенной в рабочий объем термпарой и на их поверхности не превышала 450 К.

Насыщение матрицы гелием приводит к довольно неожиданному изменению физико-механических свойств алюминия. Так, обнаружено, что после облучения предел текучести на 15% ниже, а предел прочности на 18% выше, чем у исходного отожженного алюминия. Микротвердость тоже повышается на величину около 15%.

Улучшение пластичности и прочности связано, прежде всего, с присутствием в матрице гелиевых микропузырьков. С одной стороны, они являются упрочняющей фазой, а с другой — способствуют повышению однородности пластической деформации. Определенный вклад вносит и твердорастворное упрочнение решетки.

Кроме того, улучшение пластичности может вызывать довольно высокое содержание водорода ($\sim 2 \cdot 10^{-2}$ ат. %) после обработки. Явление «водородного наклёпа» вызывает генерацию и размножение новых дислокаций. Кроме того, могут вступать в действие механизмы, связанные с воздействием водорода как адсорбционно-активного вещества.

Исследовались также эксплуатационные свойства (физико-механические характеристики и удельный объём) алюминиевых сплавов системы Al–Mg, обладающих достаточно высокой радиационной стойкостью.

Модельный сплав Al–2%Mg и высокопрочный сплав Al–1,8%Mg–4,3%Cu после облучения низкоэнергетическими ионами гелия и водорода в плазме тлеющего разряда улучшают пластичность, но заметно утрачивают прочность (см. таблицу).

Пластификация, по-видимому, обусловлена теми же факторами, что и в случае облученного алюминия. Разупрочнение этих сплавов, как показывает анализ литературных данных, может определяться радиационно-индуцированной сегрегацией β -фазы. Под влиянием радиационного отжига и высо-

Эксплуатационные свойства облученных сплавов алюминия (в скобках приводится значение относительного изменения величин)

Сплав	$\Delta V/V, \%$	$\psi, \%$	$\delta, \%$	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	$\sigma_B, \text{МПа}$
Al-2%Mg	0,28	23 (+20%)	22 (-18%)	80 (-17%)	138 (-25%)
Al-1,8%Mg-4,3%Cu	0,23	34 (+32%)	15 (-30%)	186 (-44%)	274 (-42%)
Al-2,0%Mg-0,4%Sc	0,10	26 (+28%)	16 (-22%)	112 (-35%)	215 (-16%)

ких микронапряжений часть β -фазы Mg_2Al_3 коагулирует и будет выделяться в основном по границам зёрен.

Перспективный сплав Al-2,0%Mg-0,4%Sc отличается равномерным распределением дисперсных выделений фазы Mg_2Al_3 по объёму зерен. Величина набухания в 2–3 раза меньше и составляет $\leq 0,1\%$, а прочностные свойства сохраняются несколько лучше. Причиной этого, вероятно, служит легирование сплава скандием. Атомы Sc могут являться эффективными ловушками вакансий и примесей, что при высокой концентрации конкурирующих стоков приводит к образованию лишь субмикропузырьков в большом количестве и снижает тем самым набухание и охрупчивание сплава. Подобное воздействие могут производить и когерентные выделения частиц вторичной фазы ScAl_3 .

Исследования, проведенные ранее авторами [4, 5] методами оптической и растровой электронной микроскопии, показали, что кроме существенной радиационной эрозии, обусловленной ионным распылением, на поверхности поликристаллического алюминия наблюдается интенсивное образование газонаполненных пузырьков (так называемый, блистеринг).

Для изучения особенностей проникновения гелия в глубину алюминия, облученного низкоэнергетическими ионами гелия в плазме тлеющего разряда, ранее проводилось [6] предварительное снятие слоев со стороны облученной поверхности с шагом 20 мкм. Распределение плазмообразующего газа по глубине, изученное методом масс-спектрометрии вторичных ионов, показывает аномально глубокое (до 100 мкм) проникновение инертного газа в алюминий, что по оценкам в 10^4 раз превышает средний проективный пробег имплантируемых ионов гелия в алюминий. Кроме того, на концентрационном профиле распределения имеется интенсивный максимум в приповерхностном слое и второй максимум на глубине 150 нм.

Внедренный гелий, практически нерастворимый в металлах (при нормальных условиях 10^{-18} – 10^{-19} ат %), образует вскоре после начала облучения аномально пересыщенный твёрдый раствор гелия в алюминии. При этом наблюдается некоторое уменьшение (на 0,2%) параметра кристаллической решётки, увеличение микротвёрдости на 15% и электросопротивления (до 30% при температуре 293 К и 20% при 77 К) облученного алюминия. Поскольку атомы гелия даже при концентрации порядка миллиардных долей объединяются на дефектах решётки в виде различных комплексов, то уже в процессе облучения в матрице образуются газовакансионные кластеры, то есть субмикропузырьки.

Наличие в матрице газовакансионных комплексов в сочетании с её непрерывным насыщением гелием и стабилизированными примесным водородом вакансиями при достаточно высокой температуре облучения ($0,45 T_{\text{пл}}$) создаёт условия для формирования газовых пузырьков (газонаполненных пор). Методом просвечивающей электронной микроскопии обнаружено присутствие

Рис. 1. Субструктура алюминия, облученного гелием в плазме тлеющего разряда ($\times 20000$)

микропузырьков размером до $0,1$ мкм на глубине около 100 мкм от бомбардируемой ионами гелия поверхности алюминия. Более того, благодаря большой степени пересыщения в некоторых участках матрицы плотность микропузырьков столь велика, что они образуют неупорядоченную систему микропузырьков размерами $0,01$ – $0,1$ мкм с локальными областями упорядочения (см. рис. 1). Подобная структура с весьма высокой пористостью («пинхолевая») наблюдалась на поверхности алюминия [7], облучённого при температуре 400 К ионами гелия с энергией 140 кэВ до дозы $5 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$. Однако хаотическое распределение пузырьков при ионном облучении металлов (дозы $\sim 10^{20}$ – 10^{21} м^{-2}) обычно предшествует образованию суперрешеток в ходе последующего облучения и затем — блистеров на поверхности.

Развитие газовой пористости в ходе облучения вызывает увеличение удельного объёма алюминия: методом дифференциального гидростатического взвешивания определена величина распухания $\Delta V/V = 0,1\%$. Развитие пористости является дополнительной причиной увеличения количества сорбированного газа и создания в матрице сложнапряжённого состояния с преимущественно растягивающими напряжениями. Под влиянием теплового воздействия возможен дальнейший рост имеющихся газовых микропузырьков и образование новых в результате распада пересыщенного метастабильного твёрдого раствора и коалесценции субмикропузырьков.

Изучение температурных зависимостей ряда структурно-чувствительных свойств (газовыделения, плотности, микротвердости, электросопротивления) позволило определить характер происходящих при нагреве металла превращений и их влияние на структуру и свойства облученного гелием алюминия. Особый интерес, безусловно, представляют процессы распада метастабильного пересыщенного твёрдого раствора и эволюции газовой пористости.

Тепловое воздействие на первой стадии приводит к распаду метастабильного твёрдого раствора с небольшой скоростью, которая определяется чис-

Рис. 2. Изменение микротвердости облученного гелием алюминия при различных температурах изотермического отжига (время выдержки 15 минут)

Рис. 3. Изменение удельного объема облученного гелием алюминия при различных температурах изотермического отжига (время выдержки 15 минут)

лом свободных стабилизированных водородом вакансий и комплексов HV_2 и HeV_2 . Это вызывает появление новых микроскопических газовых пузырьков.

Первая стадия отличается отсутствием газовой выделения, довольно малым изменением электросопротивления и интенсивным увеличением микротвёрдости (рис. 2) и удельного объема (рис. 3) облученного алюминия. Укажем, что изменение удельного объема $\Delta V/V$ и микротвердости H_μ изучалось после кратковременных (в течение 15 минут) изотермических отжигов облученных образцов при различных температурах.

При дальнейшем повышении температуры интенсивно протекают два конкурирующих процесса — распад метастабильного твёрдого раствора и образование газовых пузырьков за счёт диффузионного перемещения микропузырьков. Скорость распада раствора на втором этапе максимальна: наблюдается наибольшая скорость изменения электросопротивления и удельного объема. При температуре ≈ 400 K начинается термодесорбция водорода благодаря началу диссоциации комплексов H_nV ($n \equiv 3, 4, 5, 6$): $\text{H}_n\text{V} \rightarrow \text{H} + \text{H}_{n-1}\text{V}$.

Изученная зависимость

$$\frac{d(\Delta R/R - \Delta R_{\text{исх}}/R_{\text{исх}})}{dT}$$

отражает изменение температурного коэффициента сопротивления при нагреве алюминия. Она показывает, что скорость процессов, происходящих в объеме облученного алюминия, достигает максимума при температуре ≈ 435 K. Эффективная энергия активации, измеренная по смещению пика при изменении скорости нагрева с 10 до 5 K/мин, составляет $\approx 0,2$ эВ. Поскольку энергия активации миграции междоузельного гелия в алюминии находится в пределах 0,2–0,3 эВ, то можно предполагать эффективную десорбцию гелия при незначительном увеличении температуры. Действительно, при температуре 450 K начинается газоразделение гелия. Очевидно, что выше 450 K скорость распада твёрдого раствора резко уменьшается, как и скорость распухания. Температурный коэффициент электросопротивления меняет знак и с повышением температуры растёт, что свидетельствует о практически завершённом процессе распада твёрдого раствора.

Весьма любопытные изменения структуры и свойств происходят в области температур 485–630 К. Электросопротивление быстро растёт и к 600 К достигает первоначального значения, а затем продолжает расти с температурным коэффициентом несколько большим, чем у исходного алюминия. Удельный объём и микротвёрдость почти не изменяются. Подобную картину замечали ранее при изотермических отжигах алюминия, насыщенного ксеноном или аргоном в тлеющем разряде, и связывали с «коллоидным» равновесием — по аналогии с явлением, наблюдающимся при распаде пересыщенных металлических твёрдых растворов.

Для завершения исследования поведения гелия в облученном алюминии и термической стабильности системы Al–He проведено изучение газовыделения гелия и водорода при нагреве алюминия с постоянной скоростью 10 К/мин.

Спектры термодесорбции свидетельствуют о том, что гелий и водород остаются захваченными в алюминии вплоть до высоких температур $0,45 T_{\text{пл}}$. Более того, количество гелия, выделившееся при плавлении и повышении температуры до 1300 К ($\sim 5 \cdot 10^{-3}$ ат. %), примерно равно количеству гелия, выделившемуся до плавления. Отметим, что процессы выделения гелия и водорода взаимосвязаны, поскольку имеется совпадение максимумов пиков десорбции Н и He при температурах $0,57 T_{\text{пл}}$, $0,60 T_{\text{пл}}$ и $0,67 T_{\text{пл}}$ и подобие кривых газовыделения практически на всех стадиях. По-видимому, это определяется динамикой превращений и миграции газовакансионных комплексов.

Полученный пересыщенный твёрдый раствор является метастабильным, так как атомам инертного газа даже при минимальной концентрации энергетически выгодно соединиться на дефектах решётки в виде комплексов или субмикропор. Поэтому уже в процессе облучения происходит распад твёрдого раствора и миграция аргона к имеющимся и вновь образующимся дефектам кристаллической решётки (дислокациям, границам субзерен, порам и т. д.) с последующим уменьшением плотности материала.

Таким образом, помимо образования пересыщенных твёрдого раствора гелия во всей области проникновения происходит формирование газовакансионных кластеров, которые служат зародышами образования микропузырьков. Исследование структуры и комплекса свойств (электросопротивления, микротвердости, плотности, газовыделения) при нагреве алюминия, обработанный плазмой нормального тлеющего разряда гелия, показало наличие двух конкурирующих процессов — распада метастабильного твёрдого раствора и эволюции газовой пористости. Распад пересыщенного твёрдого раствора и его влияние на протекающие превращения практически прекращаются при температуре выше 450 К.

При газоразрядном облучении ионами He алюминия и его сплавов с магнием наблюдается улучшение их пластических свойств. Это может быть обусловлено повышением однородности пластической деформации при образовании газовых микропузырьков.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Лариков Л. Н., Красильников В. С. О моделировании газового распухания / В сб.: *Радиационные дефекты в металлических кристаллах*. — Алма-Ата: Наука Каз. ССР, 1978. — С. 211–217.
2. Бабад–Захрятин А. А., Кузнецов Г. Д. Радиационно-стимулируемая химико-термическая обработка. — М.: Энергоиздат, 1982. — 184 с.

3. Комаров Ф. Ф. Ионная имплантация в металлы. — М.: Металлургия, 1990. — 216 с.
4. Ларионов Л. Н., Рясный А. В. Воздействие одновременной имплантации гелия и водорода на структуру и свойства алюминия // *Письма в ЖТФ*, 1986. — Т. 12, № 10. — С. 591–593.
5. Гуревич М. Е., Ларионов Л. Н., Рясный А. В. Структурные изменения поверхности А1, облученного низкоэнергетическими ионами гелия и водорода // *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, 1988. — № 3(45). — С. 30–33.
6. Гуревич М. Е., Красюк А. Д., Ларионов Л. Н., Рясный А. В. Проникновение гелия в алюминий из низкотемпературной гелиево-водородной плазмы // *Металлофизика*, 1987. — Т. 9, № 6. — С. 94–96.
7. Ранюк А. И., Рыбалко В. Ф. Гелий в решётке металлов. — М.: ЦНИИАтоминформ, 1986. — 72 с.

Поступила в редакцию 25/VII/2009;
в окончательном варианте — 24/X/2009.

MSC: 58H15, 74A50, 74E15

INFLUENCE OF LOW-ENERGY PLASMA TREATMENT ON PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES AND STRUCTURE OF ALUMINIUM AND ITS ALLOWS

V. A. Barvinok, A. V. Ryasnyi

S. P. Korolyov Samara State Aerospace University,
34, Moskovskoe sh., Samara, 443086.

E-mails: barvinok@ssau.ru, ryasnyi@mail.ru

Physical and mechanical properties and structural transformations of aluminium and its allows after treatment by the low-energy plasma for helium glow discharge are studied by several experimental methods. Plastic properties of aluminium and its magnesium-containing allows improved due to increase of homogeneity of plastic deformation with gas bubbles after discharge transformation by low-energy helium ions. It was established that under consequent heat treatment two concurrent processes occur in aluminium — metastable solid solution destruction and gas voidity evolution.

Key words: *plasma treatment, low-energy helium ions, aluminium and allows, plasticity, structure, metastable solid solution, helium microbubbles.*

Original article submitted 25/VII/2009;
revision submitted 24/X/2009.

Vitaliy A. Barvinok (Dr. Sci. (Techn.), Corresponding member of RAS), Head of Dept., Dept. of Aircraft Production and Quality Management in Engineering. Alexandr V. Ryasnyi (Ph. D. (Phis. & Math.)), Associate Proffesor, Dept. of Aircraft Production and Quality Management in Engineering.