

05;07;10;11;12

Наблюдение сегрегации углерода и эволюции вакансионных дефектов в поверхностном слое железа при воздействии НСЭП

© В.И. Лаврентьев, А.Д. Погребняк, А.Д. Михалев,
Н.А. Погребняк, Р. Шандрик, А. Зекка, Ю.В. Цвинтарная

Сумский институт модификации поверхности

Поступило в Редакцию 28 ноября 1997 г.

Впервые с помощью микропучка протонов резерфордского обратного рассеяния (RBS), индуцированного протонами рентгеновского излучения (PIXE) и медленного пучка позитронов были анализированы (просканированы) поверхностные и приповерхностные слои α -Fe после облучения низкоэнергетическим сильноточным пучком электронов (НСЭП). Обнаружены сегрегация углерода на межзеренной границе и образование примесных комплексов. Методом сканирования микропучка протонов выявлены области с пониженной локальной плотностью, являющиеся источниками зарождения кратеров.

В настоящее время пучковые технологии достаточно широко используются для модификации поверхности металлических материалов и улучшения служебных характеристик [1–4]. Электронно-лучевая обработка является типичным представителем такого типа обработки и используется для рафинирования поверхностных слоев на глубину проплавления слоев [5].

В процессе импульсного воздействия низкоэнергетического сильноточного электронного пучка (НСЭП) происходит расплавление поверхностного слоя, в результате генерируются высокие концентрации точечных и линейных дефектов [6,7]. Достоверные данные о дефектах, возникающих при импульсных воздействиях, необходимы при изучении природы механизмов поглощения энергии. Эти механизмы в настоящее время изучены довольно слабо, что обусловлено, в первую очередь, ограничением возможностей экспериментальных методов при исследовании тонких (толщиной от нескольких нанометров до микрометра)

приповерхностных слоев с неоднородным распределением дефектов на глубине [2].

Поэтому целью настоящей работы было изучение особенностей дефектной структуры и перераспределения атомов углерода в приповерхностном слое α -Fe, облученном НСЭП, с помощью комплекса современных ядерно-физических методов.

Следует отметить, что в целой серии работ авторами было показано, что повышение числа импульсов при воздействии НСЭП приводит к резкому уменьшению числа кратеров на поверхности [5–8], что значительно повышает коррозионную стойкость, повышает износостойкость при сухом трении и увеличивает усталостную прочность при циклических нагрузках [5,8].

В экспериментах использовались образцы 12 mm в диаметре, толщиной около 2 mm и размером зерна около 3 mm. Суммарное содержание примесей не превышало 0.01 wt.%, исходная плотность дислокаций 10^8 cm^{-2} . Облучение образцов проводили на электронном источнике "Надежда-2" со средней энергией от 6 до 20 KeV, длительностью импульса около $0.8 \mu\text{s}$ и плотностью энергии, введенной за один импульс, W от 2.5 до 5.2 J/cm^2 [8]. Анализ дефектной структуры (вакансионной подсистемы) проводился с помощью медленного пучка позитронов (Trento University, Italy [9]) путем измерения времени жизни τ_p и S -параметра, доплеровского уширения аннигиляционного пика (ДУАП) [9]. Для измерения времени жизни позитронов использовался источник позитронов $\text{Na}(\beta + \gamma)$ активностью $12 \mu\text{Ci}$ в майларовом пакете. Время жизни позитронов в источнике описывалось двумя компонентами: $\tau_1 = 250 \text{ ns}$, $I_1 = 6.2\%$, $\tau_2 = 450 \text{ ns}$, $I_2 = 2.5\%$ [10].

Для калибровки использовался источник ^{207}Bi . Качественный анализ распределения элементов вдоль поверхности образца выполнен с помощью цветных карт с областями размерами от 100×100 до $2500 \times 2500 \mu\text{m}$, полученных методами RBS и PIXE в результате сканирования микропучка протонов с энергией 3 MeV (Oxford University), ток микропучка составлял 100 pA, диаметр менее $1 \mu\text{m}$. На рис. 1 приведены энергетические спектры S -параметра ДУАП образцов α -Fe до и после однократного облучения электронным пучком с различной плотностью энергии W . На самом деле данные зависимости показывают распределение концентрации вакансионных дефектов по глубине залегания под плоскостью поверхности. Результаты свидетельствуют о повышении содержания вакансий на всю глубину анализа (до $1.02 \mu\text{m}$), начиная с

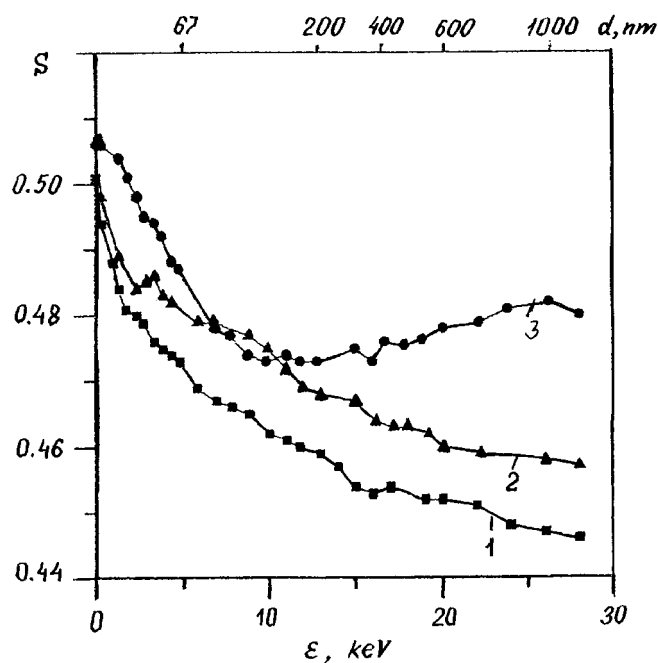


Рис. 1. Зависимость S -параметра кривых ДУАП, измеренных с помощью медленного пучка позитронов в образцах α -Fe по глубине слоя (или от энергии позитронов): 1 — исходное состояние, 2 — после воздействия НСЭП с потоком энергии 2.5 J/cm^2 , 3 — после воздействия НСЭП с потоком энергии 4.2 J/cm^2 , $\tau = 0.8 \mu\text{s}$.

20 nm. Увеличение плотности потока энергии от 0.1 до 4.5 J/cm^2 приводит к возрастанию S -параметра для всего рассматриваемого диапазона энергий позитронов.

При дальнейшем повышении W до 5.2 J/cm^2 наблюдается понижение концентрации вакансионных дефектов (S -параметра), особенно в приповерхностных слоях (до 400 nm).

Изучение распределений элементного состава поверхности образцов α -Fe, облученных низкими плоскостями энергии (W до 3.5 J/cm^2), методами RBS и PIXE путем сканирования микропучка протонов показало

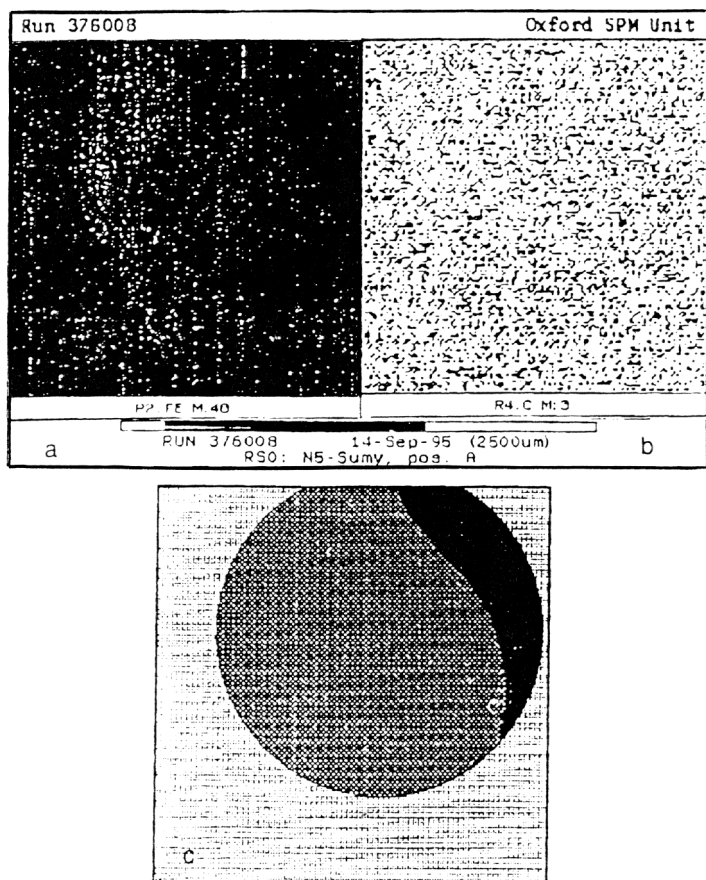


Рис. 2. Качественный анализ распределения элементов в различных микрообластях поверхности после воздействия НСЭП 2.5 J/cm^2 образца $\alpha\text{-Fe}$ с помощью карт (цветных) областей размерами $2500 \times 2500 \mu\text{m}$: *a* — Fe, *b* — C, *c* — диаграмма поверхностного распределения Fe, показывающая более четкое распределение с рисунка *a*.

наличие примеси углерода, сравнительно равномерно распределенного в исследованных областях со средней концентрацией 10–15 atomic % (рис. 2, *b*). Других примесей в данных экспериментах не обнаружено.

Однако наблюдаются характерные "оттенки" на цветных картах, показывающих распределение железа, круговой формы размером около $2000 \mu\text{m}$ (рис. 2, *a*). Схема, представленная на рис. 2, *c*, демонстрирует более четкую картину отмеченного распределения железа в черно-белом исполнении.

При воздействии НСЭП с имеющейся энергией на поверхность металла глубинный профиль с поглощенной энергией в начальный момент имеет вид распределений Гаусса с максимумом на глубине около $1 \mu\text{m}$.

Расчеты, выполненные с помощью численного решения одномерного уравнения теплопроводности для $\alpha\text{-Fe}$, облученного электронным пучком с энергией от 6 до 20 keV (длительностью импульса $\tau = 0.8 \mu\text{s}$), показали, что при увеличении W от 2.3 до 5.2 J/cm^2 толщина расплавленного слоя и время его существования увеличиваются в пределах от 0.7 до $2.5 \mu\text{m}$ и от 0.5 до $3 \mu\text{s}$ соответственно [8,11]. Скорость охлаждения приповерхностного слоя $\alpha\text{-Fe}$ составляет $5 \cdot 10^9 \text{ K/s}$, скорость движения фронта кристаллизации в зависимости от времени охлаждения и глубины слоя меняется от 2 до 5 m/s [4].

Результаты по моделированию плавления приповерхностных слоев $\alpha\text{-Fe}$ при воздействии импульсного электронного пучка свидетельствуют о том, что при плотностях энергии не менее 3 J/cm^2 происходит закалка надповерхностного слоя, находящегося на глубине около $1 \mu\text{m}$. При таких высоких скоростях закалки $5 \cdot 10^9 \text{ K/s}$ образуется высокая концентрация неравновесных вакансий (до $10^{-3} \text{ atomic \%}$) [12], которые и фиксируются методом аннигиляции позитронов. Компонента времени жизни $\tau_1 = 108 \text{ ns}$, полученная при облучении $\alpha\text{-Fe}$ ($W=3.3 \text{ J/cm}^2$), соответствует времени жизни в бездефектной решетке кристалла железа [11]. Вторая компонента $\tau_2 = 195 \text{ ns}$ близка к времени жизни позитронов, захваченных дивакансией [13]. Таким образом, неравновесные вакансии, образующиеся при невысоких плотностях энергии W электронного пучка, в основном объединяются в дивакансии. Максимальная концентрация дивакансий первоначально находится на глубине около $1 \mu\text{m}$, соответствующей максимуму поглощенной энергии. По мере перераспределения тепла под действием температуры слои материала, расположенные ближе к поверхности, прогреваются быстрее из-за более высокой скорости нарастания температуры в приповерхностных слоях по сравнению со скоростью ее спадания в глубь материала (скорости отвода тепла) [12]. В результате основная доля неравновесных вакансий

(дивакансий) устремляется по направлению к поверхности. Наиболее легкими путями миграции вакансий являются дислокации и границы зерен.

Таким образом, вблизи таких дефектов локальная плотность материала должна понижаться. Именно это явление и проявляется при исследовании поверхностного распределения элементов образца α -Fe, облученного электронным пучком с низкими значениями W (до 3 J/cm^2), когда на картах распределения железа по границе области, имеющей размер зерна, проявляются оттенки, свидетельствующие о понижении в этих местах локальной плотности материала (рис. 2, с).

Факт миграции неравновесных вакансий к поверхности подтверждает и повышение значения S -параметра в приповерхностных слоях материала (рис. 1). По-видимому, именно эти области с пониженной локальной плотностью и являются источниками зарождения кратеров на поверхности материала облученного НСЭП с повышенными значениями плотности энергии [14].

Изменение второй компоненты времени жизни позитрона $\tau_2^1 = 165 \text{ ns}$ при увеличении плотности энергии НСЭП до $W = 4.2 \text{ J/cm}^2$ свидетельствует об объединении неравновесных вакансий в комплексы вакансия–атом углерода [15].

Под действием волны деформации, порождаемой воздействием НСЭП, углерод мигрирует в глубь материала, что определяет протяженное пространственное распределение комплексов "углерод–вакансия" и повышенные значения S -параметра в более глубоких слоях (рис. 1).

Часть вакансий в результате перераспределения аннигилирует с межузельными атомами, что вызывает понижение интенсивности второй компоненты при повышении W . Кроме того, понижение I_2 в последнем случае может быть связано образованием комплексов "вакансия 2–3 атома углерода" в результате повышения концентрации C . Энергия связи позитрона с вакансией в таких комплексах резко уменьшается, так как добавление C в комплексы "вакансия–атом C " уменьшает способность позитрона локализоваться в образующихся состояниях [15].

При увеличении числа импульсов с 1 до 10 и выше (при повышенных плотностях энергии около 4.2 J/cm^2) резко уменьшается область локализации и увеличивается концентрация углерода в этих областях (рис. 3), т. е. наблюдается сегрегация C в областях с пониженной плотностью и в этих областях наблюдается образование кратеров.

Таким образом, использование ядерно-физических методов (RBS и PIXE, аннигиляция медленных позитронов) позволило изучить эволю-

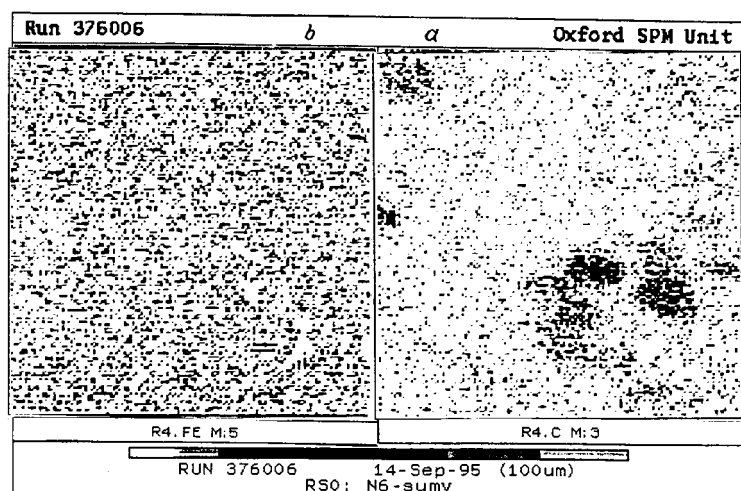


Рис. 3. Качественный анализ распределения элементов в различных микро-областях поверхности после воздействия НСЭП 4.2 J/cm^2 10 импульсов, образца α -Fe с помощью карт (цветных) областей размерами $100 \times 100 \mu\text{m}$: *a* — распределение C, *b* — распределение Fe.

цию вакансионных дефектов в приповерхностных слоях α -Fe после воздействия НСЭП и образование сегрегаций C при увеличении числа импульсов. Обнаружено, что поглощение энергии, введенной в образец с помощью НСЭП, приводит к образованию на поверхности образца вблизи границы исходного зерна материала областей с пониженной локальной плотностью, в которых концентрируются неравновесные вакансии, вытесняемые тепловым фронтом из закаленного надповерхностного слоя. При повышении плотности энергии или числа импульсов данные области могут стать источником зарождения кратеров. Одновременное повышение концентрации C в локальных областях приводит к связыванию неравновесных вакансий в комплексы вакансия–атом C (или несколько атомов C).

Авторы выражают благодарность сотрудникам группы проф. А. Зесса (Университет Тренто) за помощь в проведении эксперимента с помощью медленного пучка позитронов, др. G. Grime за финансовую поддержку экспериментов в Оксфорде.

Работа частично финансировалась ГКНТ Украины, проект 07.05.04/73–93; 005К/95.

Список литературы

- [1] Рыкалин И.Н., Углов А.А., Зуев И.В., Кокора А.Н. // Лазерная и электронная обработка материалов. Справочник М.: Машиностроение, 1985. С. 495.
- [2] Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками // Под ред. Д.М. Поута, Г. Фоти, Д.К. Джекобсена. М., Мир, 1987. С. 424.
- [3] Pogrebnyak A.D. // Phys. Stat. Sol. 1990. V. 117. P. 17–51.
- [4] Pogrebnyak A.D., Proskurovskii D.I. // Phys. Stat. Sol. 1994. V. 145. P. 9–49.
- [5] Поболь И.Л. // Итоги науки и техники ВИНТИ сер. Металловедение и термическая обработка. 1990. Т. 24. С. 99–116.
- [6] Лаврентьев В.И., Погребняк А.Д., Шандрюк Р. // Письма в ЖЭТФ. 1997. Т. 65. В. 8. С. 618–622.
- [7] Лаврентьев В.И. // ФТТ. 1995. Т. 37. С. 368–372.
- [8] Иванов Ю.Ф., Итин В.И., Лыков С.В., Ротштейн В.П., Проскуровский Д.И. // Изв. РАН. Металлы. 1993. № 3. С. 130–139.
- [9] Zecca A., Paridaence V., Duarte M.N., Brusa R., Pogrebnyak A.D., Markov A.B., Proskurovskii D.I. // Phys. Lett. 1993. A. 175. P. 443–449.
- [10] Бахарев О.Г., Погребняк А.Д., Мартыненко В.А., Руденко В.А., Бруза Р., Зекка А., Рябчиков А.И. // Письма в ЖТФ. 1993. Т. 9. С. 34–37.
- [11] Погребняк А.Д., Ошнер Р., Зекка А., Ротштейн В.П., Михалев А.Д. // ФиХОМ. 1996. Т. 1. С. 29–37.
- [12] Лаврентьев В.И. // ФТТ. 1994. Т. 36. С. 3563–3567.
- [13] Puska M.J., Nieminen R.M. // J. Phys. F. 1983. V. 13. P. 333–340.
- [14] Гончаренко И.М., Итин В.И., Исиченко С.И., Лыков С.В., Марков А.Б., Налесник О.И., Озур Г.Е., Проскуровский Д.И., Ротштейн В.П. // Защита металлов. 1993. Т. 29. В. 6. С. 932–937.
- [15] Puska M.J., Nieminen R.M. // J. Phys. F. 1982. V. 12. L. 211–214.