

Радиационно-индуцированные изменения атомной структуры границ зерен в вольфраме

© Е.И. Луговская, Т.И. Мазилова

Научно-исследовательский и конструкторский институт вакуумного машиностроения,

310108 Харьков, Украина

E-mail: fuks@astr.kharkov.ua

(Поступила в Редакцию 23 апреля 1998 г.

В окончательной редакции 4 сентября 1998 г.)

Методами полевой ионной микроскопии исследовались изменения структуры границ зерен, индуцированные межзеренной адсорбцией точечных дефектов, создаваемых ионной бомбардировкой бикристаллов вольфрама. Установлено, что облучение при температурах ниже порога зернограницной релаксации вызывает локальное расширение границ. Компьютерное моделирование с использованием методов молекулярной динамики показало, что межзеренная адсорбция вакансий может приводить к формированию трехмерных зернограницных структур.

В металлах с ГЦК-решеткой, характеризующихся сравнительно низкими значениями энергии дефектов упаковки, расщепление дислокаций в стенках блоков приводит к формированию сложных трехмерных конфигураций (3D-структур). На большеугловых границах в этих материалах в ряде случаев также наблюдалось образование 3D-структур при расщеплении дислокаций в пересекающих границы плотноупакованных плоскостях [1–3]. Большеугловые границы зерен в металлах с ОЦК-решеткой, характеризующихся высокими значениями энергии дефектов упаковки, как было установлено уже в ранних работах, выполненных с помощью методов полевой ионной микроскопии [4,5], являются локализованными двумерными дефектами решетки. В настоящей работе показано, что при температурах ниже порога протекания зернограницной релаксации адсорбция радиационных нарушений на большеугловых границах зерен в вольфраме сопровождается формированием метастабильных 3D-структур, характеризующихся повышенным уровнем энергии нарушения.

Исследования проводились с помощью полевого ионного микроскопа с охлаждением образцов до 21–80 К. В качестве изображающего газа использовался гелий при давлении 10^{-2} – 10^{-3} Ра. Бикристаллические игольчатые образцы с радиусами кривизны у вершины 20–100 нм изготавливались электрохимическим травлением из вольфрамовой проволоки со средним размером зерен (волокон) 250 нм.

Облучение осуществлялось ионами гелия, образующимися при пропускании автоэлектронного тока. Интенсивность ионной бомбардировки определялась с использованием соотношений, полученных в [6]. При образовании ионов на расстояниях r от острия, меньших $10r_0$, где r_0 — радиус вершины острия, бомбардировка осуществляется из конической области формирования ионного потока, при больших значениях r — из цилиндрической области, соосной с образцом. В настоящей работе напряженность поля E в автоэлектронном режиме в процессе облучения составляла $(4–5) \cdot 10^7$ В/см.

При $r_0 < 100$ нм ионы, образующиеся при $r < 10r_0$, имеют энергию ниже порога смещения. Вследствие этого основной вклад в создание точечных дефектов вносили ионы, образовавшиеся в сравнительно удаленной цилиндрической области. Для цилиндрической области распределение по энергиям ионов является максвелловским [7], близким к энергетическому распределению в плазменных установках типа "Токамак" со средней энергией, равной eEr_0 , где e — заряд электрона. Таким образом, при облучении острийных образцов ионами, образующимися при взаимодействии автоэлектронов с атомами изображающего газа, имитируется воздействие на первую стенку термоядерных реакторов низкоэнергетической компоненты плазмы.

Радиационно-стимулированные изменения атомной структуры границ зерен исследовались в интервале температур 750–1000 К, в котором подвижны междоузельные атомы и вакансии и подавлены процессы зернограницной релаксации в вольфраме [8,9]. Часть образцов облучалась при температурах 1070–1200 К. Средняя энергия ионного потока, бомбардирующего исследуемую часть образцов, лежала в интервале 200–350 эВ. Интегральные потоки ионов гелия составляли 10^{16} – $5 \cdot 10^{17}$ ион/см². Анализ серий ионно-микроскопических изображений, полученных в процессе полевого испарения, показал, что внутренние участки микрокристаллов не содержат дефектов решетки, которые могли бы быть ответственными за предпочтительную адсорбцию одного из видов точечных дефектов. Ввиду малости размеров микрокристаллитов можно пренебречь процессами взаимной рекомбинации точечных дефектов. В этом приближении максимальный рассчитанный интегральный поток междоузельных атомов и вакансий на границы зерен в поверхностном слое бикристаллов составлял $8 \cdot 10^{17}$ см⁻².

В результате облучения ионами гелия при интегральных потоках $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² и выше наблюдалось формирование участков границ зерен, характеризующихся аномально большими значениями ширины области с по-

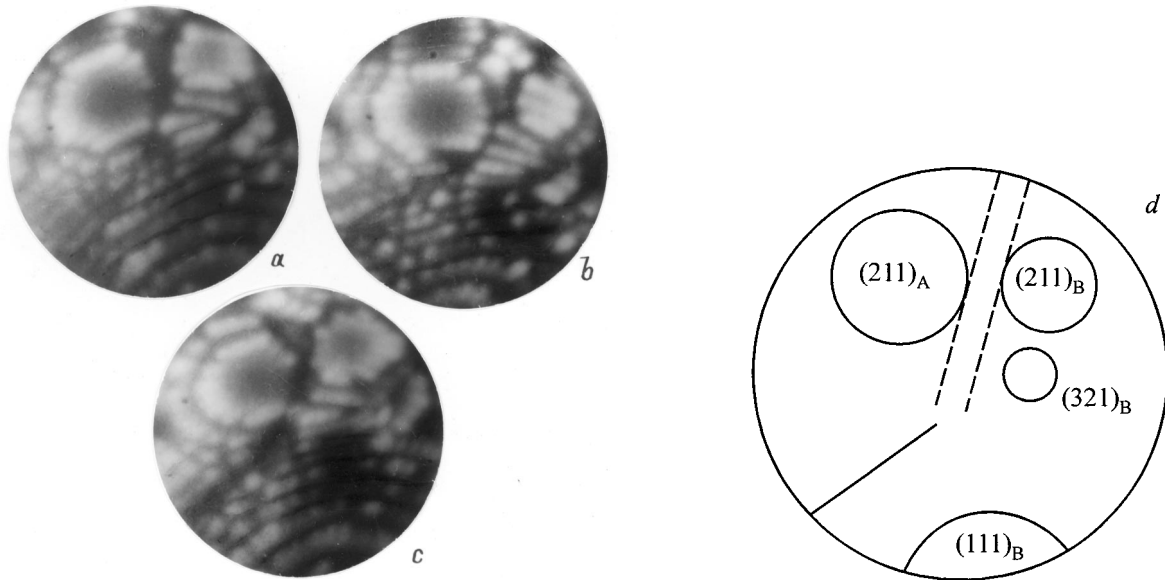


Рис. 1. Полевые ионно-микроскопические изображения бикристалла вольфрама, облученного потоком ионов гелия $7 \cdot 10^{16}$ ion/cm² со средней энергией 250 eV. Изображения *a–c* получены после испарения облученного кристалла на глубину 10, 12 и 14 нм соответственно. На схеме *d* штриховыми линиями отмечен участок границы с 3*d*-структурой, сплошной линией — двумерная фасетка.

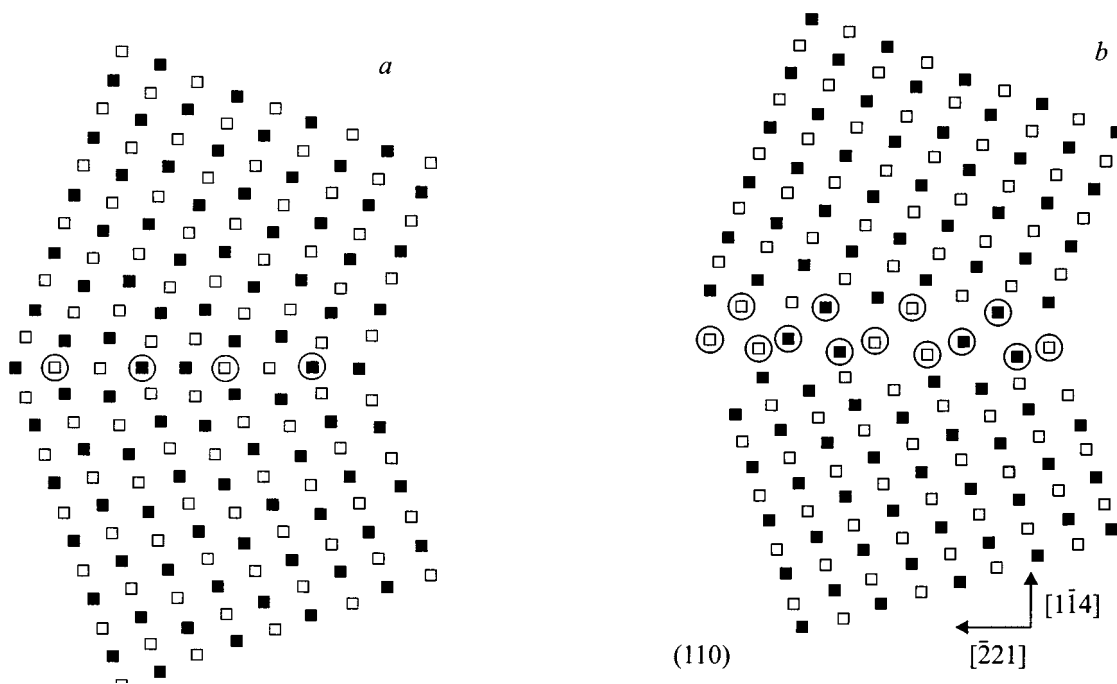


Рис. 2. Атомные конфигурации равновесной симметричной границы $\Sigma 9$ (114) (*a*) и этой же границы после адсорбции двух монослоев вакансий (*b*).

вышенной энергией нарушения. Ширина области предпочтительного полевого испарения атомов на большеугловых границах возрастала в 2–3 раза, достигая значений 1.0–1.2 нм. На рис. 1, *a–c* приведена серия полевых ионно-микроскопических изображений участка поверхности бикристалла вольфрама, облученного потоком ионов гелия $7 \cdot 10^{16}$ ion/cm² со средней энергией 250 eV. Из-

бражения границы на участке сопряжения граней (211) смежных зерен *A* и *B* получены последовательно после испарения облученного кристалла на глубину 10, 12 и 14 нм (рис. 1, *a–c*). На рис. 1, *d* штриховыми линиями отмечен участок границы повышенной ширины, который может быть отнесен к 3*d*-структурам. Эти микрофотографии иллюстрируют также характерную неоднородность

строения границ в облученном вольфраме: $3d$ -структура наблюдалась лишь на одной фасетке зернограничного уступа. Расчет снижения энергии полевого испарения Q на этих участках, выполненный в рамках модели сил изображения [10], дает значение $\Delta Q/Q = 8.5 \cdot 10^{-2}$. Расширения большеугловых границ зерен при облучении при температурах выше 1100 К не наблюдалось, что может быть связано с протеканием процессов зернограничной релаксации.

Полученные данные показывают, что точечные дефекты в результате межзеренной адсорбции не только взаимно аннигилируют, но и приводят к существенным изменениям структуры границы зерен. Сопоставление с результатами исследования эволюции структуры границ зерен в результате межзеренной адсорбции гелия [7,11] и междоузельных атомов [12] позволяет предположить, что в процессе межзеренной адсорбции более подвижные междоузельные атомы выходят на свободную поверхность, приводя к обогащению границ зерен вакансиями. В этом случае ответственной за наблюдаемое расширение границ может быть вакансионная компонента потока радиационных нарушений. В связи с этим было проведено компьютерное моделирование изменения строения границы зерен при адсорбции нескольких монослоев вакансий. Расчетный кристаллит состоял из 840 взаимодействующих и 504 граничных атомов. На внешних гранях $\{110\}$ задавались периодические граничные условия, на остальных гранях — гибкие граничные условия. Бикристалл состоял из 40 атомных плоскостей $\{114\}$, параллельных границе $\Sigma 9$, 38.9° , $\{110\}$. Компьютерное моделирование осуществлялось методами молекулярной динамики с использованием центрального парного потенциала [13,14]. Адсорбция монослоя вакансий моделировалась удалением из области ядра границы атомного слоя $\{114\}$.

Результаты компьютерного моделирования эволюции строения границ зерен приведены на рис. 2. Исходная граница характеризовалась высокой степенью локализации энергии нарушения. Наибольшая энергия нарушения наблюдается в частично коалесцированных [13,15] плоскостях $\{114\}$ в ядре границы (рис. 2, *a*). Максимальная энергия, соответствующая смещенной при коалесценции подрешетке $\{114\}$, равна 0.70 eV/atom. Атомы с большой избыточной энергией отмечены на рис. 2 кружками, радиус которых пропорционален энергии нарушения. При удалении от геометрического центра границы энергия нарушения падает экспоненциально с масштабным фактором в показателе экспоненты, равным 2.5 nm^{-1} . Формирование на границе двух вакансионных слоев приводит к изменению характера распределения энергии нарушения. Избыточная энергия на уровне $0.5 \pm 0.2 \text{ eV/atom}$ наблюдается в трех атомных слоях $\{114\}$ (рис. 2, *b*), и лишь за пределами этой $3D$ -структуры происходит экспоненциальное падение энергии нарушения. Удельная поверхностная энергия границы в результате повышается до уровня 3.0 J/m^2 , близкого к удельной поверхностной энергии монокристаллов [1].

Существенно, что такие $3D$ -структуры, несмотря на значительное повышение энергии нарушения, как и в случае металлов с ГЦК-решеткой [1–3], являются метастабильными, устойчивыми по отношению к дилатационным и сдвиговым зернограничным деформациям. Избыточная энергия нарушения на атом $3D$ -слоя значительно ниже энергии образования вакансий в вольфраме (3.9 eV), и его формирование может обеспечиваться выделением энергии вакансий в процессе их межзеренной адсорбции.

В заключение авторы выражают глубокую признательность В.С. Бойко и И.М. Михайловскому за полезные обсуждения.

Список литературы

- [1] A.P. Sutton, R.W. Balluffi. *Interfaces in Crystalline Materials*. Clarendon press, Oxford (1995). 819 p.
- [2] F. Ernst, M.W. Finnis, D. Hofmann, T. Muschik, U. Schonberger, D. Wolf, M. Methfessel. *Phys. Rev. Lett.* **69**, 2, 620 (1992).
- [3] D. Wolf, K.L. Merkle. *Materials interfaces* / Ed. D. Wolf and S. Yip. Chapman & Hall, London (1992). P. 87.
- [4] D.G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan, M.S. Wald. *Acta Met.* **12**, 7, 813 (1964).
- [5] Р.И. Гарбер, Ж.И. Дранова, И.М. Михайловский. *ЖЭТФ* **54**, 3, 714 (1968).
- [6] П.А. Березняк, В.В. Слезов. *РЭ* **17**, 2, 354 (1972).
- [7] П.А. Березняк, О.А. Великодная, В.И. Герасименко, Ж.И. Дранова, И.М. Михайловский. *Вопр. атом. науки и техники. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, *1(61)*, 41 (1994).
- [8] A.S. Lazarenko, I.M. Mikhailovskij, V.B. Rabukhin, O.A. Velikodnaja. *Acta Met. Mater.* **43**, 2, 639 (1995).
- [9] В.В. Кирсанов, А.Л. Суворов, Ю.В. Трушин. *Процессы радиационного дефектообразования в металлах. Энергоатомиздат, М.* (1985). 272 с.
- [10] Э. Мюллер, Е. Цонь. *Автоионная микроскопия. Металлургия, М.* (1972). 360 с. (E.W. Muller, T.T. Tsong. *Field Ion Microscopy*. American Elsevier Publishing Company, N.Y. (1969). 314 p.).
- [11] В.И. Герасименко, И.М. Михайловский, А.А. Пархоменко, О.А. Великодная. *ЖТФ* **68**, 7, 64 (1998).
- [12] Ж.И. Дранова, И.М. Михайловский. *ФММ* **26**, 1, 33 (1984).
- [13] П.А. Березняк, О.А. Великодная, Т.И. Мазилова, И.М. Михайловский. *Письма в ЖЭТФ* **59**, 8, 515 (1994).
- [14] В.В. Покропивный. *Металлофизика и новейшие технологии* **18**, 2, 38 (1996).
- [15] Т.И. Mazilova, I.M. Mikhailovskii. *Crystallogr. Rep.* **42**, 5, 729 (1997).