

Научная квалификационная работа аспиранта по теме:

**Исследование процессов формирования
ближнего атомного порядка и образования фаз в
бинарных модельных сплавах системы Fe-Mn
при ионном облучении**

Аспирант Макаров Е.В.

Научный руководитель Овчинников В.В.

Институт электрофизики УрО РАН

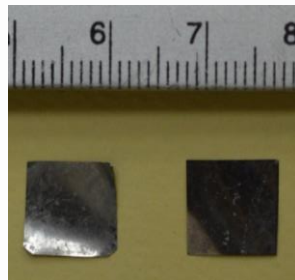
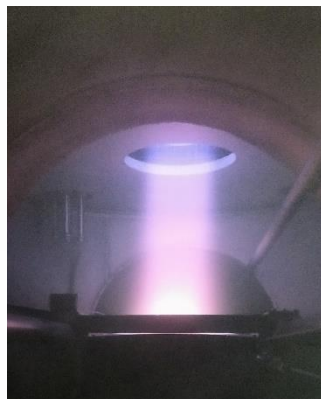
Цель работы:

выполнить фундаментальные исследования процессов формирования ближнего атомного порядка, а также образования фаз в сплавах Fe-Mn с концентрацией марганца меньше 8 ат. % под воздействием облучения непрерывными пучками ионов инертного газа Ar^+ ($E = 5\text{-}50$ кэВ, $j = 50\text{-}500$ мкА/см², $F = 10^{11}\text{-}10^{18}$ см⁻²) при температурах от 50 до 500 °С с использованием исходно неравновесных холоднодеформированных, закаленных и деформированных сдвигом под давлением кручением метастабильных состояний сплавов и сравнить последствия облучения с аналогичными режимами ($T(t)$) чисто теплового воздействия.

Материалы и методы



Ионный имплантер
ИЛМ-1 с ионным
источником
ПУЛЬСАР-1М
 $S = 100 \text{ см}^2$
 $j = 50 - 500 \text{ мкА/см}^2$
 $E = 5 - 50 \text{ кэВ}$



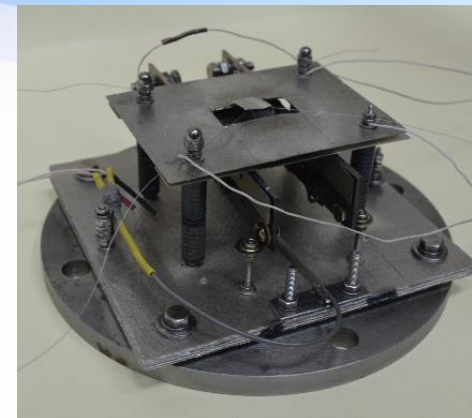
Холоднодеформирован
ные сплавы:

Fe - 6,29 ат. % Mn,
Fe - 6,35 ат. % Mn,
Fe - 7,85 ат. % Mn.



Сплавы:

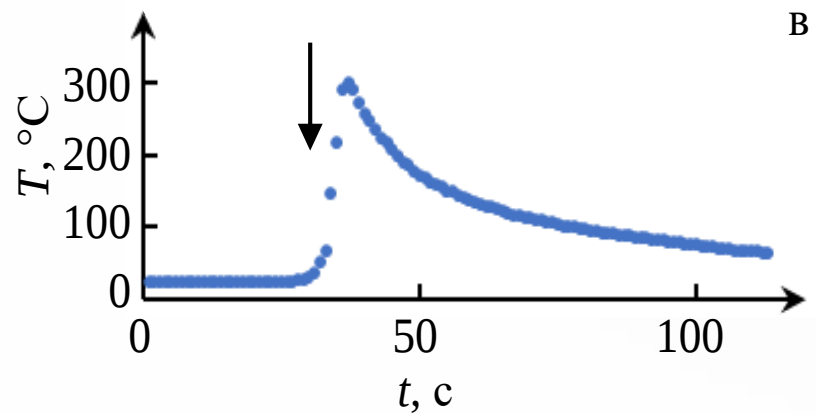
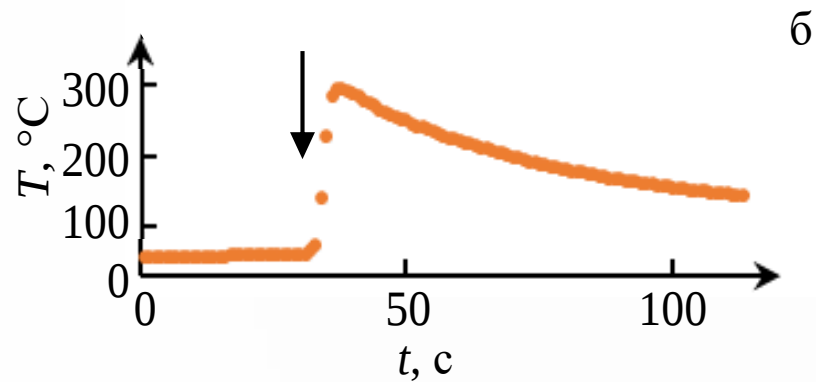
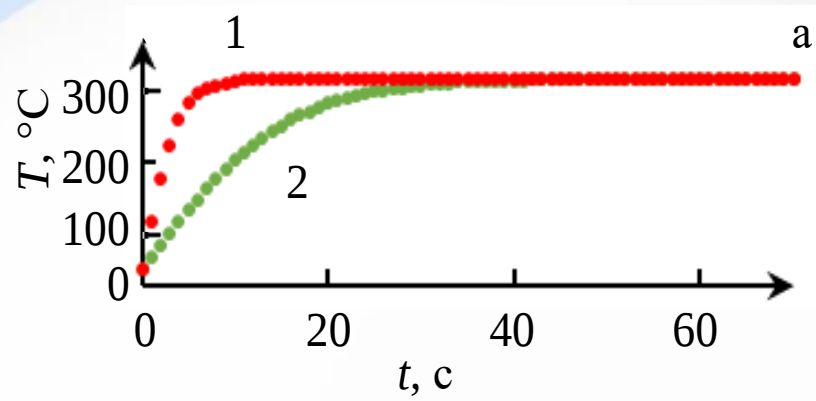
Fe - 4,10 ат. % Mn,
Fe - 7,25 ат. % Mn
после закалки, ИПД



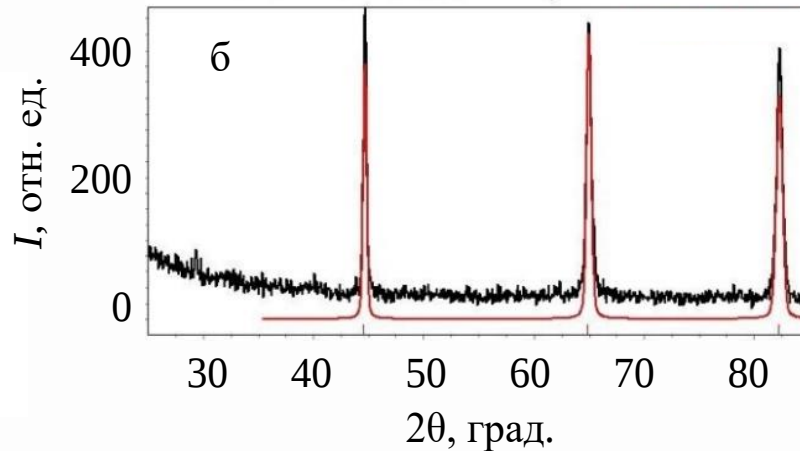
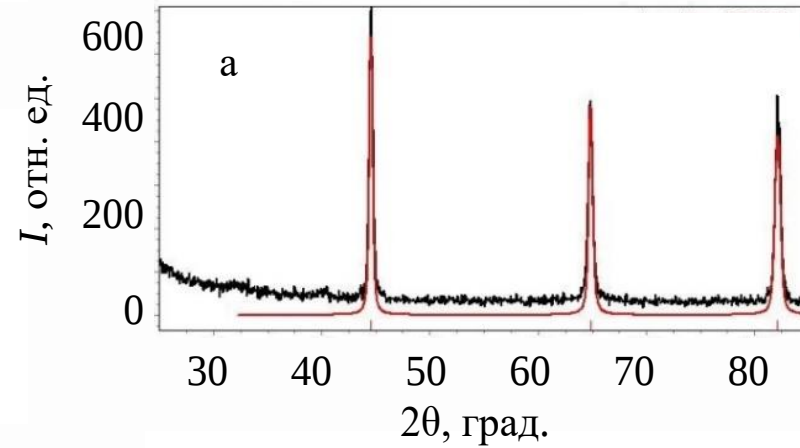
Бесконтактный нагреватель
с фехрелевыми спиралями

Методы анализа

- Автоматический мессбауэровский спектрометр СМ-2201 в режиме постоянного ускорения. Источник γ -квантов – ^{57}Co в Rh
- D8 Discover X-ray дифрактометр в Cu излучении с графитовым монохроматором на дифрагированном пучке
- Tescan G² 30 Twin просвечивающий электронный микроскоп



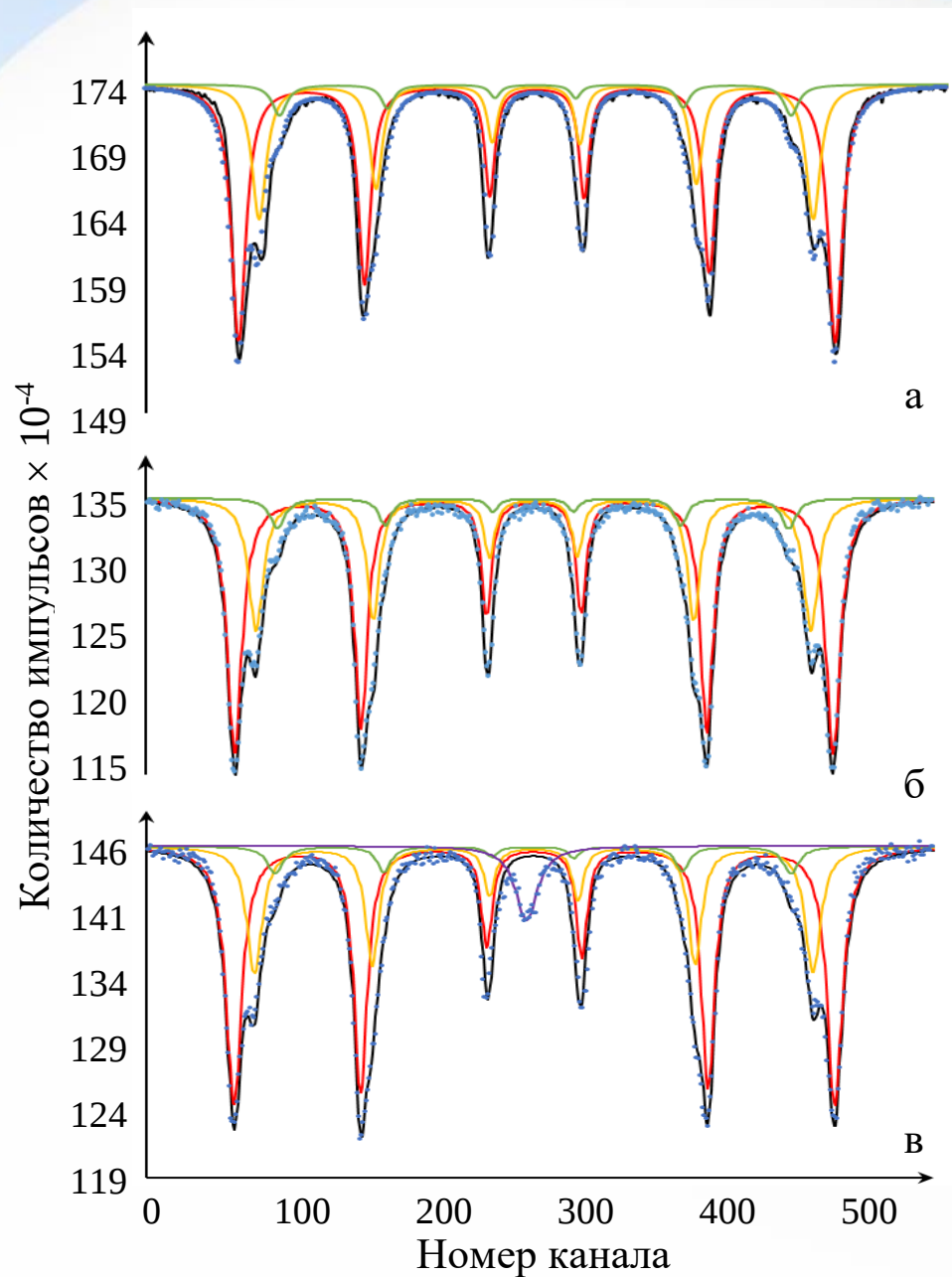
Кривые нагрева мишеней из сплава Fe – 6,29 ат. % Mn потоками излучения с плотностью мощности $P_s = 0,75 \text{ Вт/см}^2$. Стрелки соответствуют времени включения нагревателя и ионного источника.



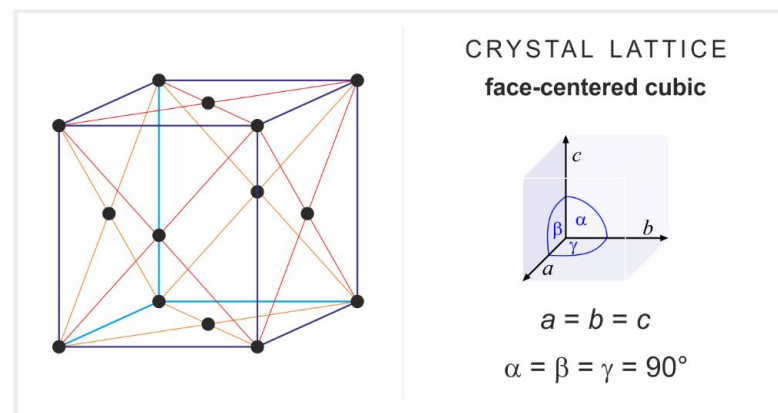
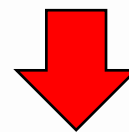
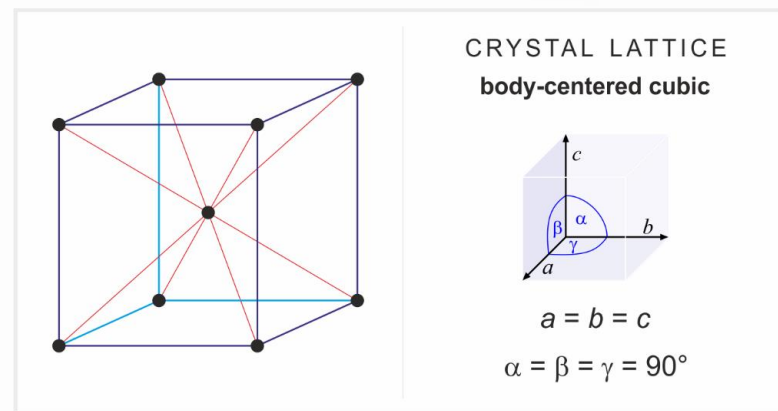
Рентгеновские дифрактограммы сплава Fe – 6,29 ат. % Mn в исходном состоянии (а) и в состоянии после облучения пучком ионов аргона: $E = 15 \text{ кэВ}$, $j = 50 \text{ мкА/см}^2$, $F = 1,2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ (б)

Результаты рентгеноструктурного анализа образцов сплава Fe - 6,29 ат % Mn после различных видов обработки

Вид обработки	α -Fe		
	Период, Å	ОКР, нм	$\Delta d/d$, %
Холодная деформация	2,874(3)	45(3)	0,36
Облучение ионами Ar^+ , $E = 15$ кэВ, $j = 50$ мкА/см ² , $F = 1,25 \cdot 10^{15}$ см ⁻² (4 с), $T = 299$ °C	2,871(3)	92(8)	0,26
Нагрев нагревателем до $T = 313$ °C за $t = 4$ с	2,871(3)	61(4)	0,29



Мессбауэровские спектры сплава Fe – 6,29 ат. % Mn в исходном состоянии (а), после нагрева бесконтактным нагревателем ($T = 313\text{ }^{\circ}\text{C}$) (б) и после облучения пучком ионов аргона: $E = 15\text{ кэВ}$, $j = 50\text{ мкА/см}^2$, $F = 1,2 \cdot 10^{15}\text{ см}^{-2}$ (нагрев до $T = 299\text{ }^{\circ}\text{C}$) (в)

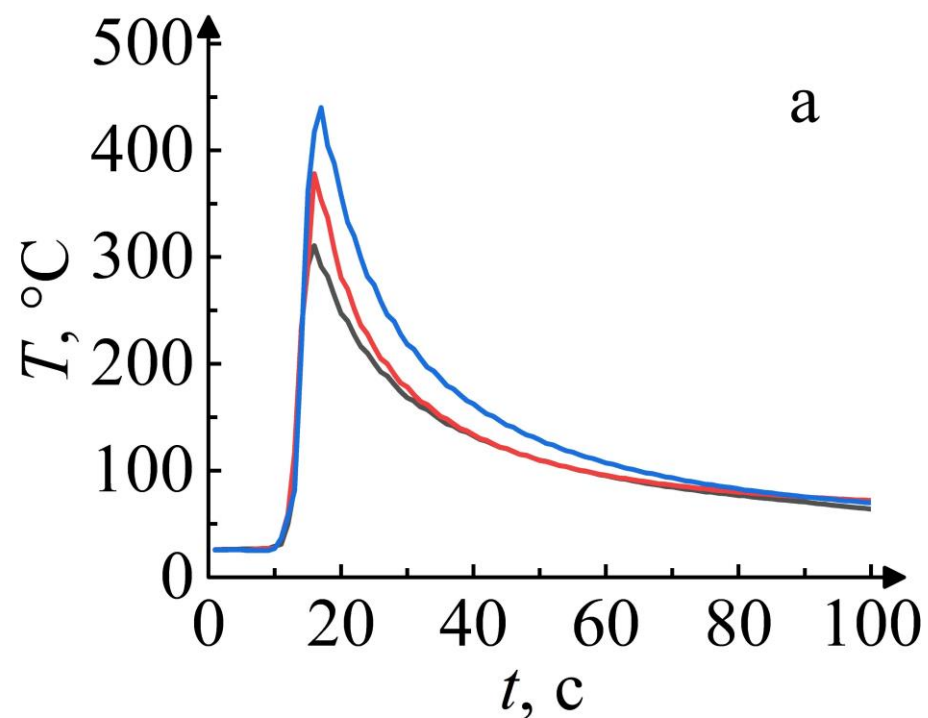


Значения параметра ближнего порядка по Каули (α), полученные в результате обработки мессбауэровских спектров, при различных режимах облучения и нагрева образцов холоднодеформированного сплава Fe - 7,85 ат. % Mn

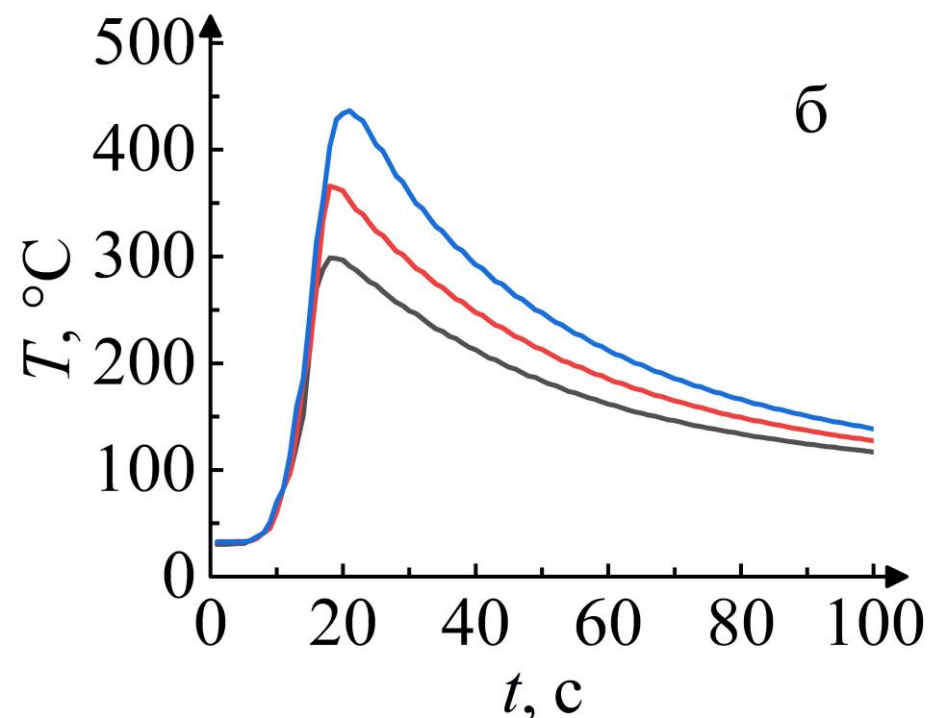
№ образца	Метод воздействия	$T_{\max}$, °C	Количество операций нагрева (облучения)	Флюенс F , см ⁻² , и общее время всех операций (с)	Параметр ближнего порядка по Каули (α)
1	Холодная прокатка	—	—	—	0,00
2	Нагрев с помощью нагревателя	253	4	— (72)	0,03
3	Облучение и нагрев пучком ионов Ar ⁺ , $E = 15$ кэВ	153	1	$3,75 \cdot 10^{15}$ (3)	0,08
4		217	5	$1,87 \cdot 10^{16}$ (15)	0,09
5		200	10	$3,75 \cdot 10^{16}$ (30)	0,10

Кривые нагрев/охлаждение образцов сплава Fe – 6,35 ат. % Mn под воздействием

пучков ионов Ar^+

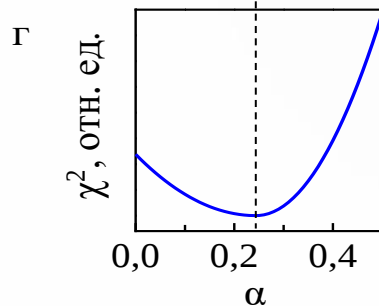
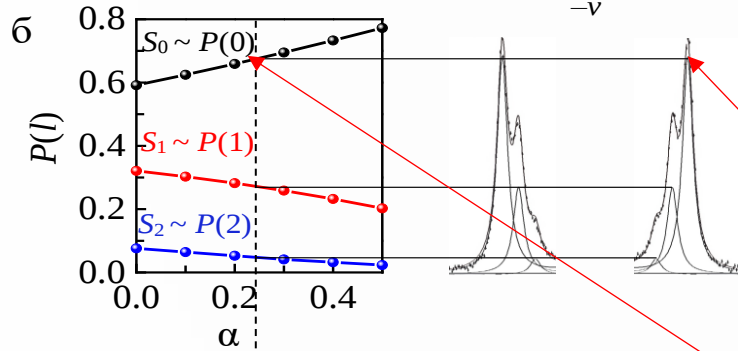
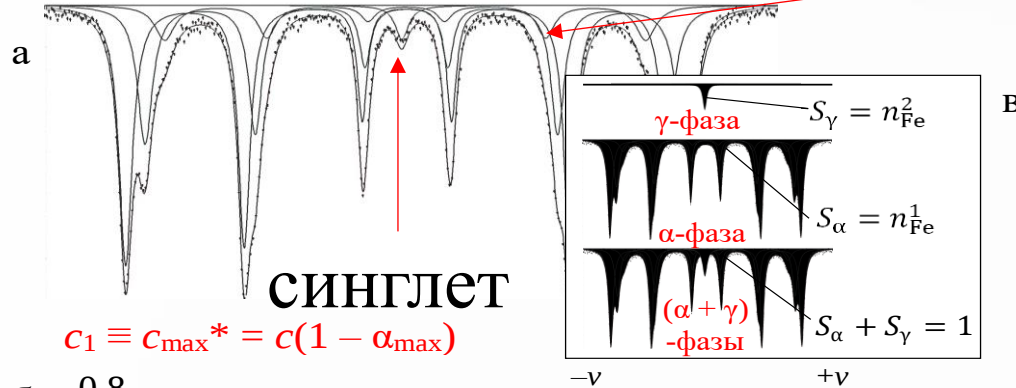


инфракрасного нагрева



Процесс мессбауэровского анализа

3 зеемановских секстета



$$\frac{P(0)}{P(1)} = \frac{S_0}{S_1}$$

c — предполагаемая концентрация

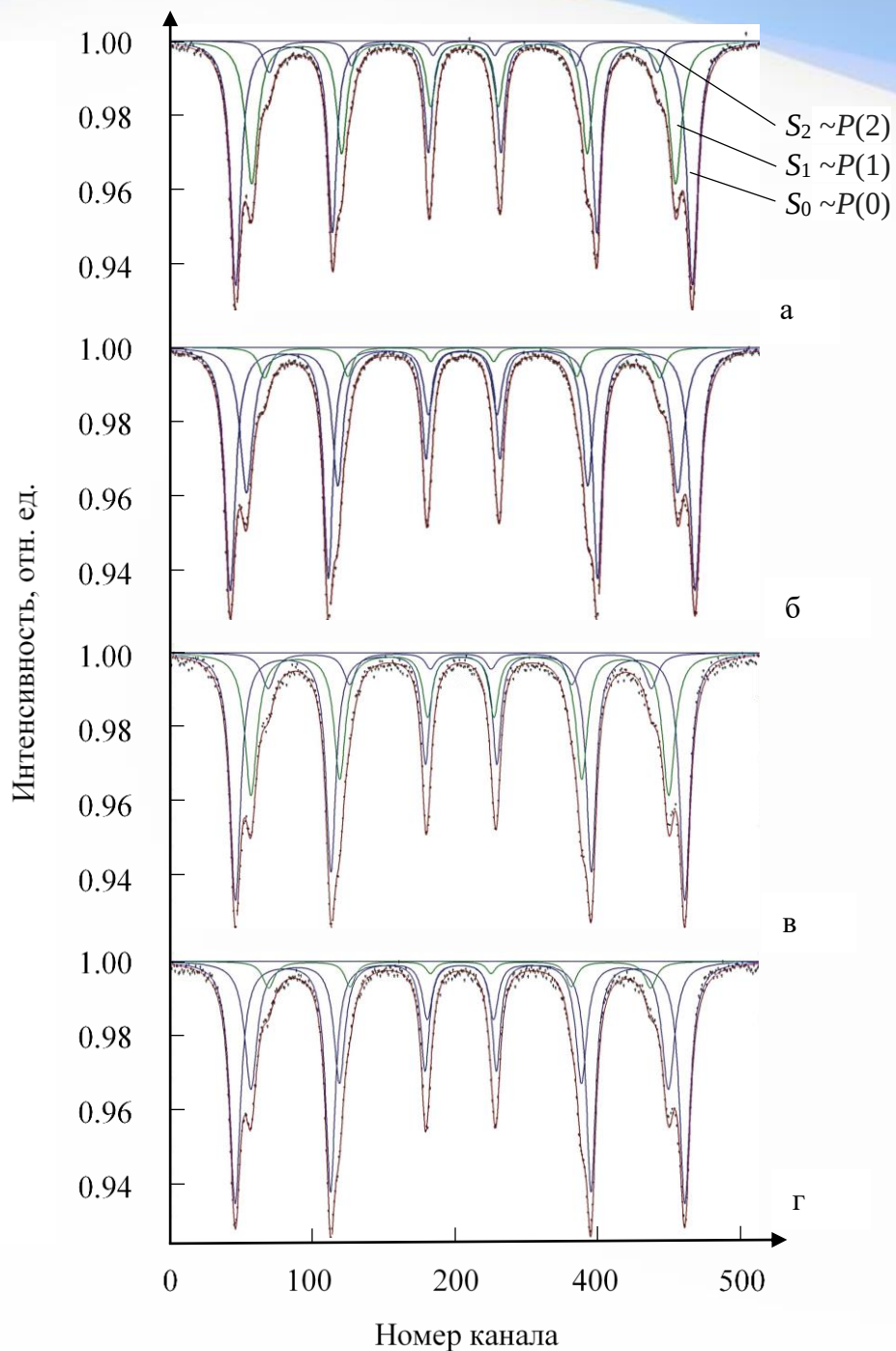
$n_{\text{Fe}}^1, n_{\text{Fe}}^2$ и α из спектра

$$n_{\text{Fe}}^2 + n_{\text{Fe}}^1 = 1$$

$$0 \leq \alpha \leq 1$$

$$c_1 = c(1 - \alpha)$$

$$c_2 = \frac{n_{\text{Fe}}^1 c_1 (1 - c) - c(1 - c_1)}{n_{\text{Fe}}^1 (1 - c) - (1 - c_1)}$$



ИСХОДНЫЙ

$T = 299\text{ }^{\circ}\text{C}$

$T = 371\text{ }^{\circ}\text{C}$

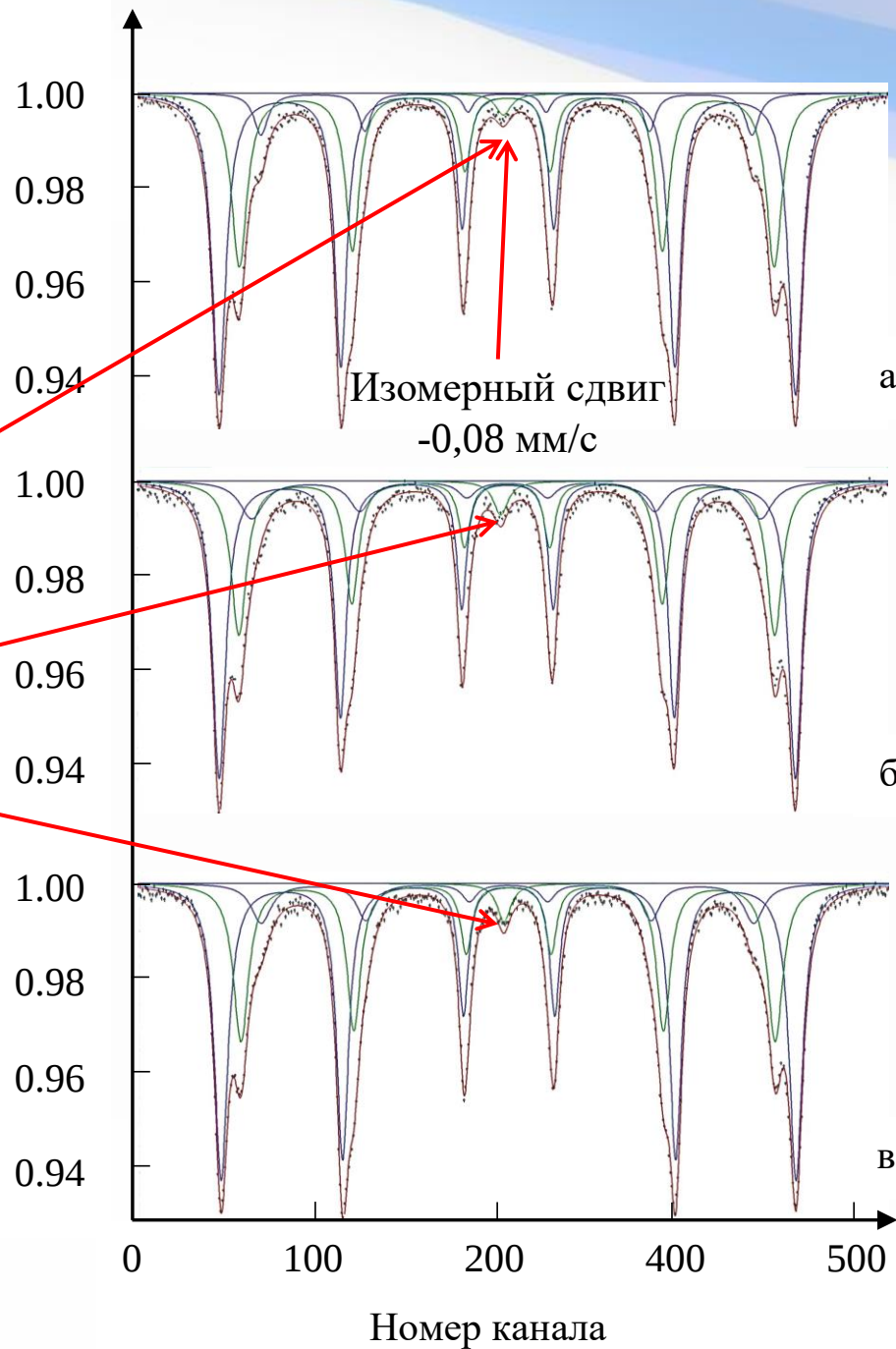
$T = 442\text{ }^{\circ}\text{C}$

$\alpha=0$

Инфракрасный
нагрев

γ фаза

Интенсивность, отн. ед.



$T = 299\text{ }^{\circ}\text{C}$

$T = 371\text{ }^{\circ}\text{C}$

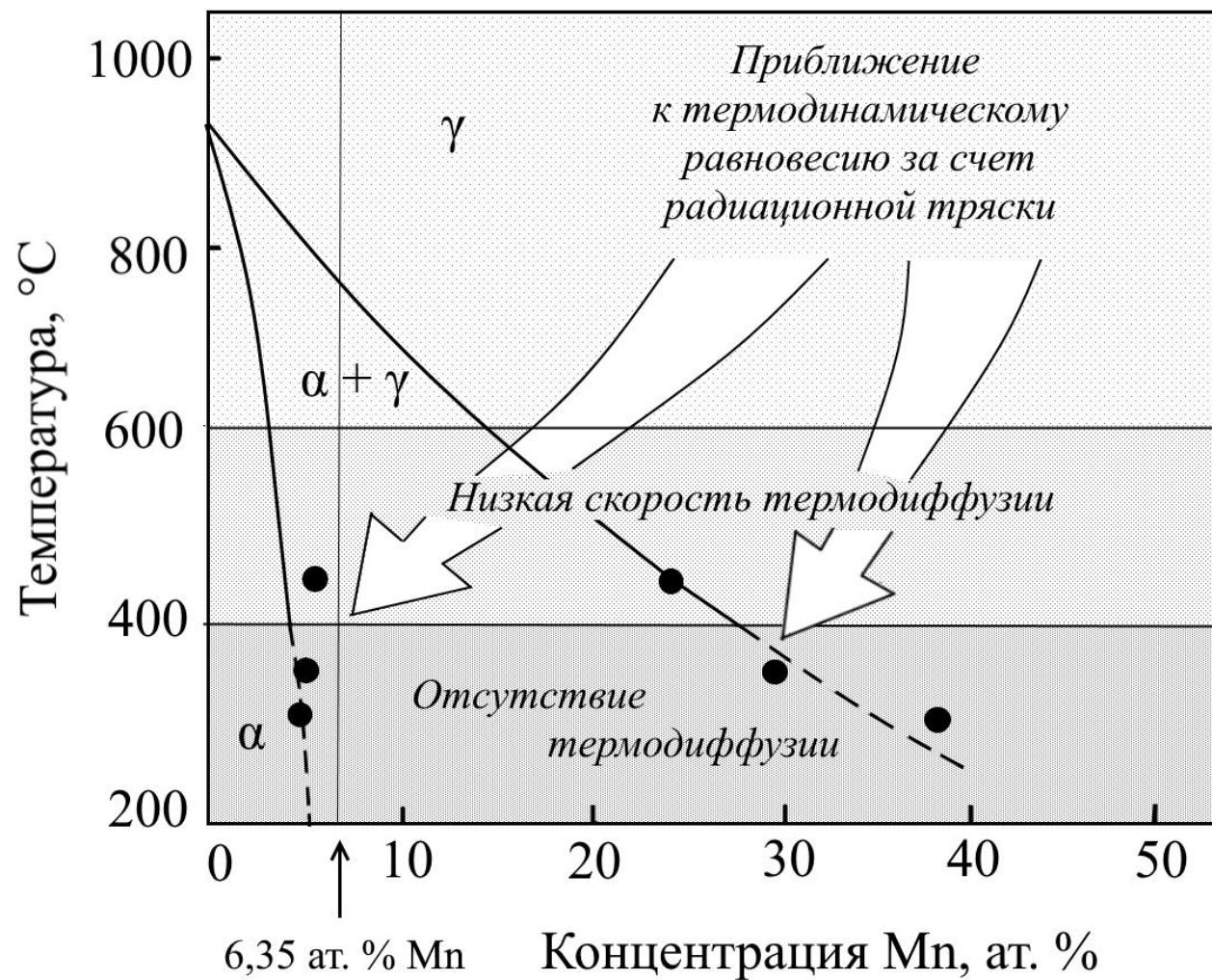
$T = 442\text{ }^{\circ}\text{C}$

Воздействие
пучками ионов

Температуры (в диапазоне 300-450 °С) максимального нагрева образца сплава Fe – 6,35 ат. % Mn в ходе ионной имплантации и рассчитанные значения ^{57}Fe в α фазе, а также концентраций Mn в α и γ фазах

Предельная температура нагрева образцов в ходе ионного облучения: $T_{\text{max}}, ^\circ\text{C}$	Концентрация атомов резонантного изотопа в α -фазе (от общего количества): n_{Fe}^1	Концентрация марганца в α -фазе: $c_1, \text{ ат. \%}$	Концентрация марганца в γ -фазе: $c_2, \text{ ат. \%}$
311	0,030	4,8	38,0
378	0,036	5,2	29,8
449	0,044	5,4	23,8

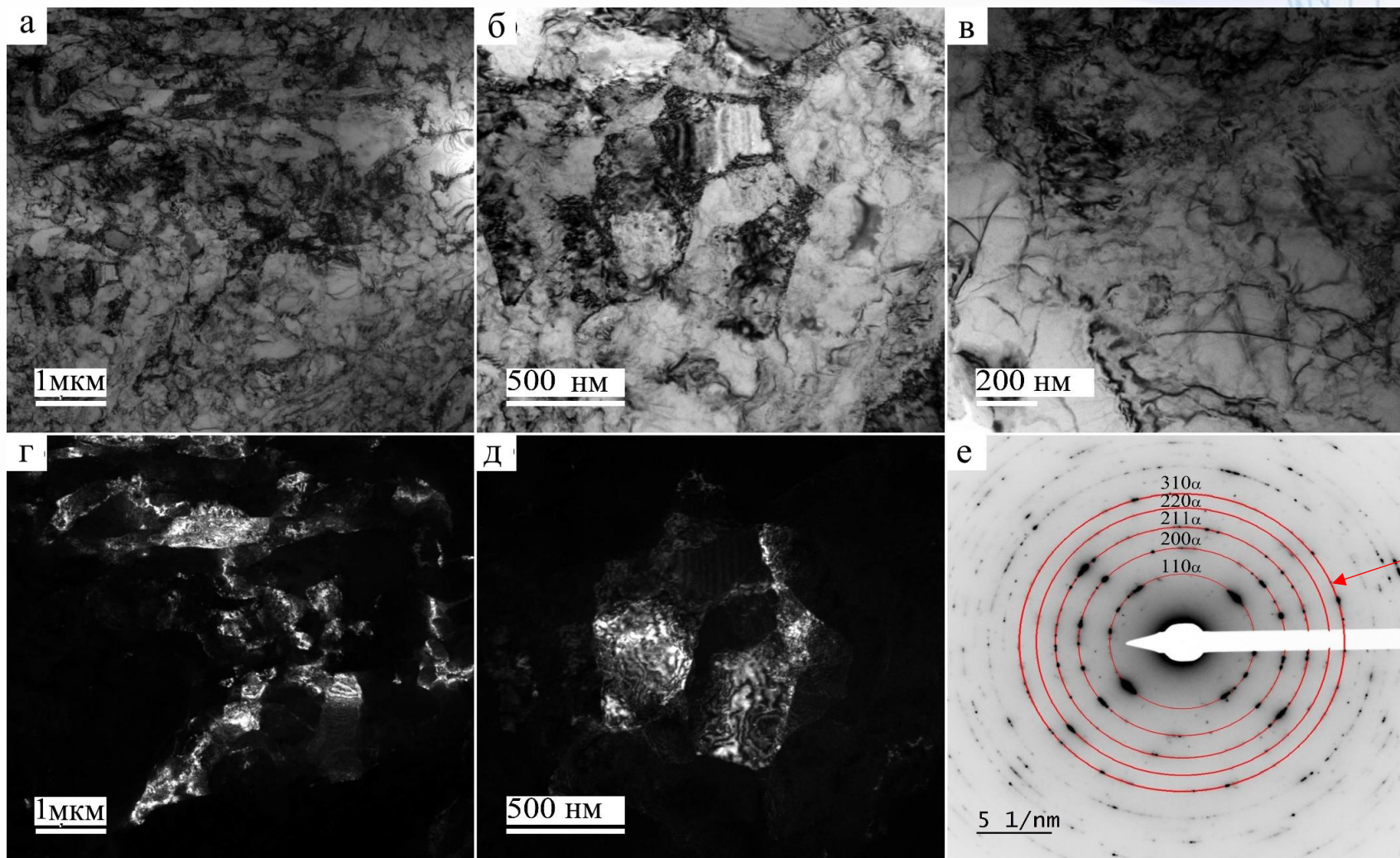
Фрагмент равновесной фазовой диаграммы железо-марганец



О.А. Банных, П.Б. Будберг, С.П. Алисова, Фазовые диаграммы состояний бинарных и многокомпонентных систем, на основе железа, Металлургия, Москва, 1986.

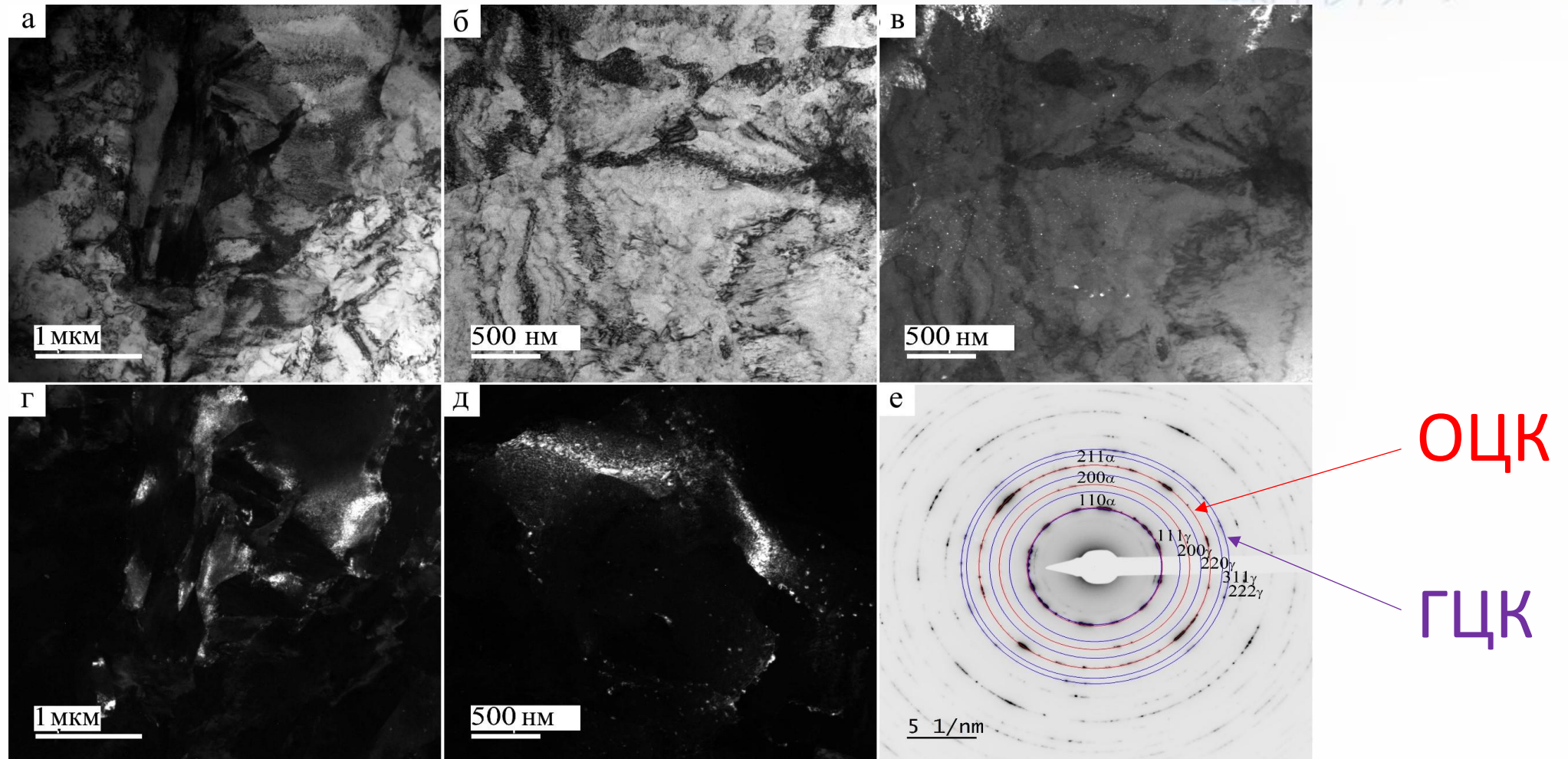
● – рассчитанные значения предельной растворимости

Микроструктура сплава Fe-6,35 ат.% Mn в исходном холоднодеформированном состоянии

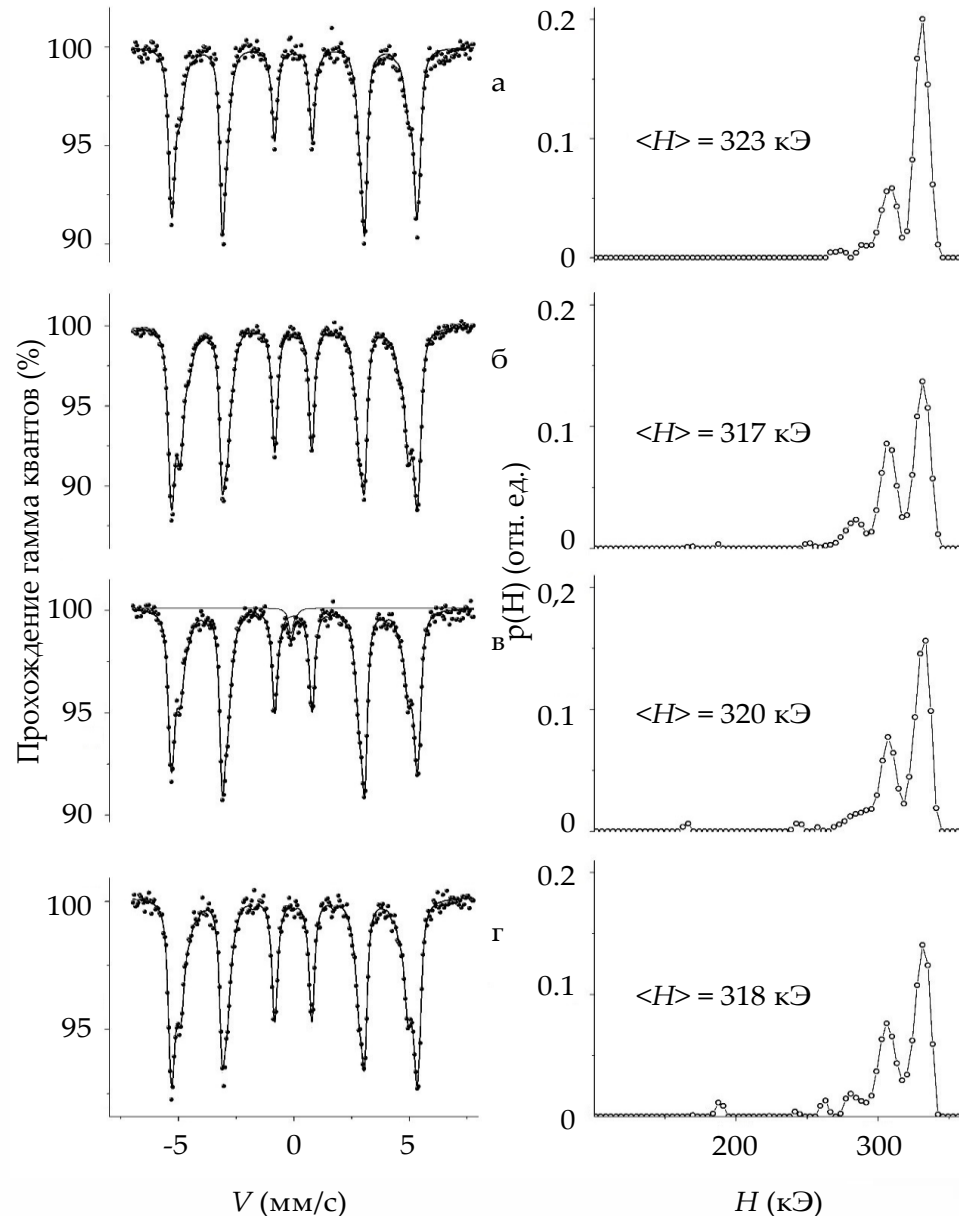


ОЦК

Микроструктура сплава Fe-6,35 ат. % Mn после облучения ионами Ar^+ с нагревом мишени до 311 °С



Мессбауэровские спектры сплавов Fe – 4,10 и 7,25 ат.% Mn и расчетные распределения эффективных магнитных полей $P(H)$ в α -фазе



(а) Fe – 4,10 ат.% Mn (закалка + СД + облучение)

(б) закалка + облучение,

(в) закалка + СД + облучение
(секстет – обедненная α -фаза,
синглет γ -фаза)

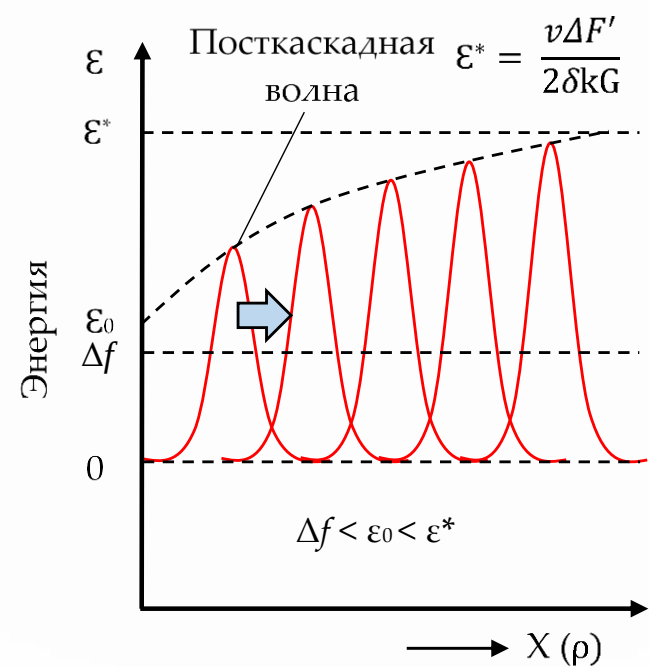
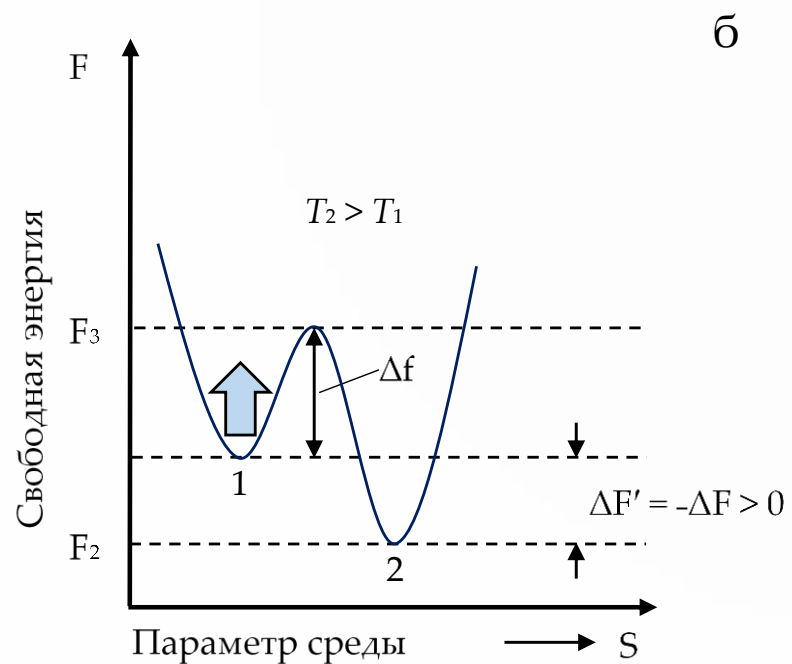
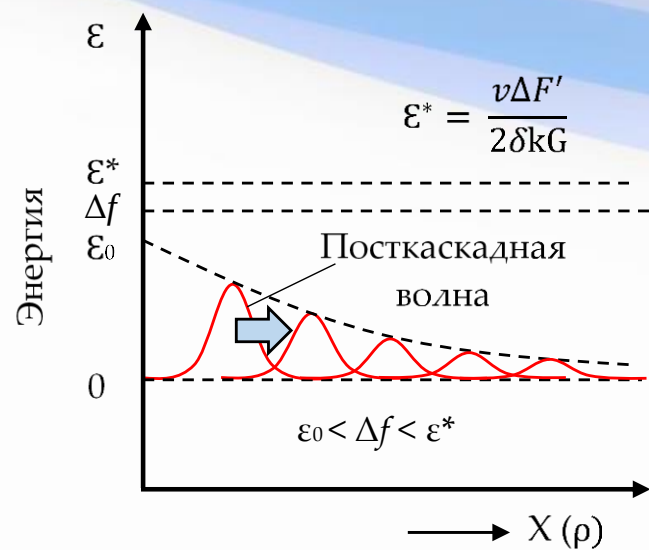
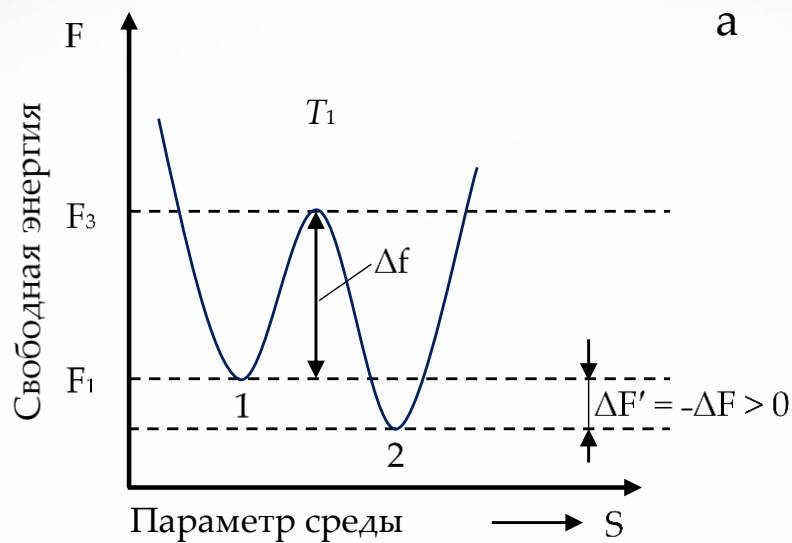
(г) – закалка + СД

Fe – 7,25 ат.% Mn

Результаты анализа мессбауэровских спектров сплава Fe – 7,25 ат.% Mn после различных видов обработки

Обработка	W(0)	W(1)	W(2)	$S_{\alpha} \sim n_{Fe}^1$	$S_{\alpha} \sim n_{Fe}^2$	c^* (c_1)	c_2	α_1 (α_{1max})	<H>
Закалка	0,555	0,339	0,091	1,00	0,00	0,0711	—	0,02	317
Закалка + облучение	0,558	0,338	0,089	1,00	0,00	0,0703	—	0,03	317
Закалка + СД + облучение	0,624	0,303	0,064	0,969	0,031	(0,0573)	38.4	(0,21)*	320
Закалка + СД	0,562	0,336	0,088	1,00	0,00	0,0696	—	0,04	318

* В момент, предшествующий формированию гамма-фазы.



Распространение
посткаскадной волны в
метастабильной среде:
 $\varepsilon_0 < \Delta f < \varepsilon^*$ (а) и при
 $\Delta f \leq \varepsilon_0 < \varepsilon^*$ (б)

Выводы

- Холоднодеформированный сплав Fe – 6,29 ат. % Mn в течение нескольких секунд может быть переведён в двухфазное ($\alpha + \gamma$) состояние в результате воздействия на него пучка ионов аргона ($E = 15$ кэВ) при $T \leq 299$ °С. Этого не происходит при нагреве сплава до 313 °С, в отсутствие облучения.
- Кратковременное облучение сплава Fe – 6,35 ат. % Mn, ускоренными ионами Ar^+ ($E = 15$ кэВ) также привело к формированию в нем двухфазного состояния с образованием обедненной марганцем α -фазы и γ -фазы, многократно обогащенной марганцем при аномально низких температурах для термически активируемых процессов.
- Влияние ускоренных ионов на сплавы: Fe с 4,10 и 7,25 ат. % Mn существенно зависит от их термодинамической стабильности, определяемой концентрацией марганца и структурным состоянием, сформированным в результате предшествующих обработок. Это влияет на соотношение описанных параметров ε_0 , Δf и ε^* , которые определяют результат радиационно-динамического воздействия посткаскадных волн.

Высокая скорость превращения указывает на инициирование гигантской низкотемпературной подвижности атомов. Механизм каскадной радиационной тряски может быть использован для получения термически недостижимых состояний облучаемых сред.

Выражаю благодарность:

- Махинько Ф.Ф. за проведение облучения ионами,
- Семенкину В.А. за проведение мессбауэровского анализа,
- Медведеву А.И. за проведение рентгеноструктурного анализа,
- Курановой Н.Н., Макарову В.В. за проведение микроскопических исследований,
- Гущиной Н.В. за помощь с планированием, обсуждением и описанием результатов эксперимента.

Данная работа была выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект номер 19-79-20173.