

На правах рукописи

МАХИНЬКО Фёдор Фёдорович

**ВОССТАНОВЛЕНИЕ ПЛАСТИЧНОСТИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИНАМИЧЕСКИХ ЭФФЕКТОВ ДАЛЬНОДЕЙСТВИЯ
ПРИ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКЕ**

Специальность 01.04.07 - Физика конденсированного состояния

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2014

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР	11
1.1. Имплантация ускоренных ионов в вещество	11
1.2. Краткий обзор экспериментальных данных об изменении структуры и свойств материалов при ионной бомбардировке на глубине, многократно превышающей проективные пробеги ионов.....	18
1.3. Радиационно-динамические эффекты при корпускулярном облучении	
1.4. Ретроспективный обзор данных по влиянию ионного облучения на структуру и свойства алюминия и его сплавов.....	21
1.5. Ионно-лучевая модификация свойств промышленных алюминиевых.....	37
сплавов с использованием радиационно-динамических эффектов	43
2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА	48
2.1. Исследованные материалы.....	48
2.2. Методика проведения ионно-лучевой обработки.....	52
2.2.1. Общее описание и технические характеристики ионного имплантера.....	52
2.2.2. Предварительный анализ скорости разогрева плоских мишеней и мониторинг их температуры в ходе облучения.....	54
2.2.3. Дополнительное оборудование и методика определения спектральной плотности энергетической светимости металлов в ходе ионной бомбардировки.....	58
2.2.4. Некоторые методические аспекты экспериментов по воздействию пучков ускоренных ионов на сплавы ВД1 и Д16.....	59
2.2.5. Условия модификации структуры и свойств сплава 1424.....	61
2.3. Методы изучения структуры, фазового состава и механических свойств сплавов.....	62
3. ИССЛЕДОВАНИЕ СВЕЧЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЧИСТЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВА 1424 В ХОДЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Ag^+	64
Выводы.....	81
4. ИЗУЧЕНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ИОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ	

СПЛАВОВ ВД1 И Д16 СИСТЕМЫ Al-Cu-Mg (С ДОБАВКАМИ Mn)	82
4.1. Результаты исследования воздействия ионно-лучевой обработки на структуру и свойства холоднодеформированного сплава ВД1	82
4.2. Исследование воздействия ионно-лучевой обработки на структуру и свойства холоднодеформированного сплава Д16	91
4.2.1. Испытания механических свойств холоднодеформированных, термообработанных и облученных полос сплава Д16	91
4.2.2. Результаты металлографического и рентгеноструктурного анализа сплава Д16 после различных обработок	92
4.2.3. Результаты электронно-микроскопического исследования микроструктуры сплава Д16	95
Выводы	103
5. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1424 С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОПЕРАЦИЙ РАДИАЦИОННОГО ОТЖИГА	106
5.1. Результаты механических испытаний после холодной прокатки, термического отжига и различных режимов облучения	107
5.2. Результаты металлографического анализа структуры сплава 1424	108
5.3. Электронно-микроскопическое исследование	112
5.4. Сравнение характера влияния ионного облучения и нагрева (идентичного нагреву при облучении) на структуру холоднодеформированного сплава 1424	122
5.5. Реализация холодной прокатки полос сплава 1424 с использованием ионно-лучевой обработки	125
Выводы	131
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ	133
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	135
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	137

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Использование пучков ускоренных ионов с энергиями в диапазоне от нескольких единиц до нескольких сотен кэВ послужило основой для создания ряда прорывных технологий, внедряемых в настоящее время в практику обработки конструкционных материалов, с целью обеспечения повышенного уровня свойств, не достижимого с применением традиционных методов обработки.

К сожалению, пробеги ионов вышеуказанных энергий в веществе измеряются в лучшем случае всего лишь несколькими десятками или сотнями нанометров. Модифицируемая зона такой глубины явно недостаточна для большинства технологических применений. На практике при облучении непрерывными пучками ионов вышеуказанных энергий обычно наблюдаются две ситуации. Первая – это, когда глубина воздействия недостаточна для обеспечения необходимых свойств. Вторая – когда есть положительный эффект, и глубина воздействия значительно превосходит глубину проникновения ионов, но нет полной ясности в том, чем обусловлен такой эффект.

В связи с этим **актуально** дальнейшее исследование природы **эффектов дальнего действия** при ионном облучении и целенаправленное применение приобретаемых знаний для модификации не только поверхностных, но и объемных свойств материалов пучками ускоренных ионов.

Увеличить протяженность модифицируемой зоны до нескольких десятков микрометров удастся с использованием *мощных непрерывных низкоэнергетических пучков ионов малого радиуса* и *мощных наносекундных импульсных пучков ионов* [1].
Результатов, сравнимых по глубине воздействия, удастся достичь также *с использованием высокодозной имплантации* [2], благодаря генерации дислокаций в статических полях напряжений от внедряемых примесей, перемещаемых вглубь материала.

Совмещение ионной имплантации с другими методами (*Ion Mixing* и *Ion Assisted Deposition* и т.п.), также как и привлечение *высокоэнергетической* ионной имплантации [3] связано с существенным усложнением и удорожанием процесса, при сопоставимой глубине модифицируемого слоя.

Однако для многих технических применений было бы желательно увеличить глубину влияния ускоренных ионов на структуру и свойства материалов еще как минимум на 1-2 порядка, что позволило бы модифицировать *субмиллиметровые* и *миллиметровые* слои материалов при их поверхностном облучении.

Из расчетов с использованием методов Монте-Карло и молекулярной динамики [4, 5] следует, что нанообласти плотных каскадов атомных смещений являются зонами

взрывного энерговыделения с образованием сильно разогретых областей («термических пиков»). Температура таких областей, термализующихся за время порядка 10^{-12} с, составляет до 5000-6000 К и выше. Быстрое повышение давления в этих областях является причиной эмиссии послекаскадных ударных волн [6-8].

К сожалению, данные **экспериментального** определения **параметров энерговыделения** в плотных каскадах атомных смещений отсутствуют. Получение этих данных могло бы явиться подтверждением факта радиационно-динамического воздействия пучков ускоренных ионов на вещество и уточнением степени интенсивности такого воздействия, что может быть использовано для целенаправленной модификации структуры и свойств материалов.

В термодинамически *стабильных* средах эмиттируемые областями плотных каскадов уединенные волны быстро затухают [8], в радиусе нескольких десятков нанометров. В то же время феноменологическое и гидродинамическое описание этих процессов в *метастабильных* средах с повышенной запасенной энергией [6] свидетельствуют о возможности незатухающего режима распространения послекаскадных волн, совершающих на своем фронте структурно-фазовые превращения. Это открывает возможности модификации *субмиллиметровых* и *миллиметровых* поверхностных слоев материалов.

В работах [9, 10] уже показана возможность ускоренного *радиационного отжига* холоднодеформированных промышленных алюминиевых сплавов АМг6 (Al-Mg), 1441 (Al-Li-Cu-Mg) при пониженных температурах в качестве промежуточной операции между операциями прокатки. Ионно-лучевая обработка не приводит к активации (наведенной радиоактивности) материалов и не предъявляет каких-либо других особых требований в отношении безопасности. Являясь абсолютно экологически чистым процессом, эта технология может быть легко воспринята производством.

Промышленные сплавы ВД1 и Д16 относятся к деформируемым упрочняемым термообработкой сплавам системы Al-Cu-Mg с добавками Mn (дуралюмины). Основными легирующими примесями дисперсионно-твердеющих сплавов этой системы являются медь и магний, которые наиболее эффективно участвуют в процессах старения, образуя вторичные θ - и σ -фазы (CuAl_2 и CuMgAl_2 , соответственно). Все дуралюмины отличаются высокой прочностью в сочетании с высокой пластичностью. Это определило их широкое использование в качестве конструкционного материала в различных областях современной техники, в том числе, в самолетостроении. Поэтому представляет интерес исследовать воздействие ионного облучения на структуру и свойства вышеуказанных сплавов.

Алюминиевый сплав 1424 (Al-Mg-Li-Zn), разработанный в ФГУП «ВИАМ» (г. Москва), относится к сплавам третьего поколения. Он характеризуется пониженным содержанием лития и дополнительно легирован цинком. Сплав имеет пониженную плотность ($2,54 \text{ г/см}^3$), повышенные характеристики вязкости разрушения и трещиностойкости по сравнению с ранее разработанным сплавом 1420 и является альтернативой сплаву 1163-Т. Он характеризуется также повышенной удельной прочностью.

Серьезной проблемой является то, что холоднодеформированный сплав 1424 не восстанавливает свою пластичность в результате термического отжига до уровня, необходимого для его дальнейшей прокатки. Для восстановления пластичности этого сплава используют сложные технологические операции, включающие закалку в селитровой ванне карточным методом.

В связи с этим является **актуальной** задача **разработки технологии** быстропотекающего холодного радиационного отжига сплава 1424 мощными пучками ускоренных ионов, допускающей в перспективе возможность промышленной рулонной холодной прокатки этого сплава.

Целью диссертационной работы являлось:

1) экспериментальное определение интенсивности энерговыделения в области плотных каскадов атомных смещений в чистых металлах W, Zr, Fe, Al и сплаве 1424 в зависимости от режимов облучения ионами Ar^+ ;

2) использование эффектов взрывного энерговыделения при ионной бомбардировке для разработки основ технологии восстановления пластичности сплавов ВД1 и Д16 системы Al-Cu-Mg, а также трудно поддающегося термическому отжигу сплава 1424 системы Al-Mg-Li-Zn.

В соответствии с целью исследования были поставлены следующие **задачи**:

1. На основе исследования спектрального состава свечения чистых металлов и сплава 1424 в ходе ионного облучения определить параметры энерговыделения в плотных каскадах атомных смещений в зависимости от режимов облучения.

2. Исследовать воздействие пучков ускоренных ионов Ar^+ на структуру, фазовый состав и механические свойства холоднодеформированных сплавов ВД1, Д16 и 1424 при вариации режимов облучения (плотности ионного тока, температуры и флюенса).

3. Подобрать оптимальные режимы ионного облучения, обеспечивающие восстановление пластичности холоднодеформированных сплавов ВД1, Д16 и 1424.

4. Осуществить прокатку холоднодеформированных полос сплава 1424 от исходной толщины 7,3 до 1 мм с использованием радиационного отжига пучками

ускоренных ионов аргона, взамен трудоемкой полистной обработки полос в селитровой ванне, аналогичной операции закалки.

Научная новизна работы состоит в том, что впервые:

1. Экспериментально определены параметры энерговыделения в областях плотных каскадов атомных смещений в чистых металлах и сплаве 1424 при облучении ионами аргона с энергией 5-20 кэВ, достигающие 0,3-0,5 эВ/ат. Соответствующие оценки температуры термализованных каскадных областей принимают значения в интервале 3600-6200 К. Быстрый разогрев этих областей за время $\sim 10^{-12}$ с до установленных экспериментально температур объясняет природу предсказанного теорией механизма эмиссии этими областями послекаскадных ударных волн, способных перестраивать метастабильные среды.

2. Изучены процессы изменения микроструктуры, фазового состава и механических свойств холоднодеформированных сплавов ВД1, Д16 и 1424 под воздействием ионного облучения.

3. Установлены режимы облучения, обеспечивающие наиболее полное восстановление пластичности сплавов ВД1, Д16 и трудно отжигаемого термически сплава 1424.

4. Разработаны основы технологии прокатки трудно поддающегося термическому отжигу алюминий-литиевого сплава 1424, предназначенного для использования в аэрокосмической технике, с применением операций радиационного отжига.

Практическая значимость работы.

1. Предложен метод экспериментального определения параметров энерговыделения в плотных каскадах атомных смещений, основанный на измерении и последующем анализе спектральной плотности свечения поверхности облучаемых ускоренными ионами металлических мишеней. В основе метода лежит измерение плотности энергетической светимости в ходе ионной бомбардировки с использованием спектрофотометра ОС-12 и аппроксимация экспериментальных зависимостей планковскими функциями спектральной плотности, отвечающими: 1) областям термических пиков и 2) объему интегрально разогретых в ходе облучения мишеней.

2. Экспериментально доказана возможность радиационного отжига холоднодеформированных листов сплавов ВД1 и Д16 системы Al-Cu-Mg толщиной 2-3 мм, а также трудно отжигаемых термически полос сплава 1424 системы Al-Mg-Li-Zn толщиной до 7,3 мм при одностороннем облучении пучками ускоренных ионов Ar^+ (при проективном пробеге внедряемых ионов, составляющем всего лишь несколько десятков

нанометров). Ускоренный радиационный отжиг представляет собой альтернативу длительному печному отжигу при повышенных температурах.

3. Установлено, что в результате воздействия ускоренных ионов Ag^+ на *холоднодеформированный* сплав Д16 в зависимости от режима облучения могут быть обеспечены *различные свойства*, а именно: 1) при относительно невысоком флюенсе $\sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ наблюдается изменение относительного удлинения (~ 2 раза при постоянстве прочностных характеристик), 2) при последующем увеличении флюенса до $\sim 7,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ достигается увеличение относительного удлинения в 4,5 раза, предел текучести уменьшается на 110 МПа, что аналогично *отожженному* состоянию (но при более высоком значении предела прочности) и 3) при облучении флюенсом $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ формируемые свойства сплава Д16 близки к свойствам *закаленного* состояния. Эти результаты открывают новые возможности управления свойствами этого сплава.

4. Установлен диапазон *энергий ионов, флюенсов и плотностей ионного тока*, обеспечивающих необходимые по техническому регламенту свойства алюминиевых полуфабрикатов из сплава 1424 для их рулонной прокатки. Радиационный отжиг обеспечивает высокую скорость процесса, а также высокую однородность структуры и свойств металла. Рулонная прокатка сплава 1424 позволит увеличить выход годного металла, как минимум на 20-30 %, а также в 2-3 раза снизить энергозатраты и трудоемкость обработки.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту:

1. *Экспериментальные свидетельства* формирования в ходе облучения вблизи поверхности мишеней термических пиков (thermal spikes), представляющих собой разогреваемые в течение $\sim 10^{-12} \text{ с}$ до температур порядка 3000-6000 К наноразмерные области взрывного энерговыделения, формирующиеся в ходе эволюции плотных каскадов атомных смещений. Результат получен впервые на основе анализа данных измерения спектральной плотности энергетической светимости поверхности металлических мишеней вольфрама (99,96 W), циркония (99,98 Zr), железа (99,99 Fe) и алюминия (99,5 Al), а также алюминиевого сплава 1424 при облучении ионами Ag^+ с энергией 5-20 кэВ.

2. Факт *радиационного отжига* холоднодеформированных сплавов ВД1 и Д16 системы Al-Cu-Mg, а также трудно отжигаемого термически холоднодеформированного сплава 1424 системы Al-Mg-Li-Zn ускоренными ионами Ag^+ с энергией 20-40 кэВ при флюенсах $(0,7-3) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ и более, обеспечивающего протекание процессов рекристаллизации во всем объеме образцов толщиной до 7,3 мм. Это приводит к существенному разупрочнению сплавов. Полученный *уровень свойств* в результате кратковременного облучения сплава пучками ускоренных ионов соответствует *регламентированному*

уровню, при котором сплавы могут быть подвергнуты холодной прокатке. При этом время облучения значительно меньше длительности разупрочняющего отжига (1-2 ч) и составляет от нескольких десятков секунд до 2-5 минут.

3. Доказательство дальнедействующего характера воздействия ионной бомбардировки на структуру и свойства холоднодеформированных алюминиевых сплавов ВД1, Д16 системы Al-Cu-Mg и 1424 системы Al-Mg-Li-Zn. –Подтверждение нетепловой природы этого эффекта: установлено отсутствие изменений структуры сплавов в отсутствие облучения (при точном воспроизведении режима нагрева ионным пучком). Достигнута рекордная глубина воздействия (более 7 мм) при одностороннем облучении полос алюминиевых сплавов. Проективные пробеги ионов во всех случаях не превышали 100 нм.

4. Основы технологии холодной прокатки полос алюминиевого сплава 1424 с помощью кратковременных промежуточных радиационных отжигов (ускоренными ионами Ar^+ , 20-40 кэВ) взамен применяемых для этого в ходе холодной прокатки сложных технологических операций полистной обработки, включающих операции выдержки в селитровой ванне (аналогичные нагреву под закалку).

Достоверность результатов обеспечивается согласием оценок температуры термических пиков, полученных на основе анализа спектрального состава свечения металлических мишеней, с косвенными данными по ионному распылению и результатами молекулярно-динамических расчетов методом TRIM [4]. Кроме того, имеет место достаточно хорошее согласие экспериментальных данных с планковской теорией теплового излучения. Это подтверждает наличие наноразмерных зон взрывного энерговыделения в металлах при ионной бомбардировке. Радиационно-динамическая природа быстропротекающего отжига пучком ускоренных ионов аргона подтверждается отсутствием заметных изменений структуры и свойств сплавов ВД1 и 1424 при их обычном печном нагреве в отсутствие облучения, в условиях воспроизведения теплового режима воздействия пучка ионов. Наличие структурных изменений в сплаве зафиксировано независимо методами металлографии и электронной микроскопии. Все обнаруженные эффекты подтверждены на нескольких независимых партиях образцов и согласуются с рядом аналогичных результатов, полученных на сплавах АМг6 и 1441.

Апробация работы. Основные результаты, приведенные в диссертационной работе, доложены и обсуждены на следующих Международных и Российских совещаниях, конференциях и семинарах: XV, XVI, XVII Международных совещаниях «Радиационная физика твердого тела» (Севастополь, 2005, 2006, 2007); III, VII Всероссийских научно-технических конференциях «Физические свойства металлов и

сплавов» (Екатеринбург, 2005, 2013); VI, IX и X Международных Уральских семинарах «Радиационная физика металлов и сплавов» (Снежинск, 2005, 2011, 2013); IX Международной конференции «Взаимодействие излучений с твердым телом» (Беларусь, Минск, 2011) и на 11th International Conference "Gas Discharge Plasmas and their Applications" (Томск, 2013).

Личный вклад соискателя заключается в проведении работ по облучению материалов на ионном имплантере, изготовлении необходимой оснастки и аппаратуры для позиционирования, крепления, термического подогрева образцов, мониторинга температуры и измерения спектров свечения мишеней в ходе облучения. Это же касается приготовления партий образцов для металлографических и электронно-микроскопических исследований. Соискатель самостоятельно выполнял расчеты геометрических параметров каскадов атомных смещений, величины и скорости энерговыделения в каскадах при облучении пучками ионов различных энергий методом TRIM [4], а также с использованием специально разработанной программы КБИ-1 (на основе решения кинетического уравнения Больцмана [11]). Осуществлял анализ полученных данных, участвовал в подготовке материалов для научных конференций и написании научных статей.

Публикации. Основные результаты *по теме диссертации* опубликованы в 13 научных работах, среди которых: 4 статьи в рекомендуемых ВАК РФ рецензируемых журналах и 5 статей в сборниках трудов конференций.

Структура и объем работы. Диссертация содержит следующие разделы: введение, 4 главы основного текста, заключение и список цитированной литературы. Общий объем диссертации 150 страниц, в том числе 62 рисунка, 11 таблиц. Список литературы включает 171 наименование.

1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР

1.1. Имплантация ускоренных ионов в вещество

Методы обработки конструкционных материалов на основе металлов и сплавов с целью улучшения физических, контактно-химических, контактно-трибологических и других свойств, продолжают интенсивно развиваться. Новые возможности открывают методы, использующие воздействие на материалы потоков излучения. Это относится к потокам плазмы, лазерного, СВЧ излучения, а также заряженных частиц (электронов и ионов).

Процесс внедрения ускоренных ионов в вещество обычно называют *ионной имплантацией*. Иногда используют также термин *ионное внедрение*. В отношении технологий ионно-лучевой обработки применяются термины *ионное легирование* (чаще всего в тех случаях, когда речь идет о легировании полупроводников), а также *ионно-лучевая модификация* свойств твердых тел [12, 13]. Для этих целей наиболее часто используются ионные пучки с энергиями 10^3 - 10^6 килоэлектронвольт (кэВ) [13, 14].

Указанные энергии многократно превышают энергии химического взаимодействия атомов в конденсированных средах. В силу этого изменение структуры поверхности различных веществ, обрабатываемых пучками ионов, происходит в условиях, далеких от термодинамического равновесия, и это во многих случаях позволяет обеспечить получение материалов с уникальными поверхностными, а иногда (как будет показано далее) и объемными свойствами [2, 15-20].

Преимущества метода ионной имплантации перед другими методами обработки состоят в том, что он дает возможность [2]: 1) изменять свойства приповерхностных слоев материалов независимо от состояния объема, 2) создавать твердые растворы с содержанием легирующих элементов, значительно превышающим пределы их равновесной растворимости, 3) сохранять неизменными размеры изделия (с точностью до нескольких десятков нанометров), в связи с чем ионно-лучевую обработку часто используют в качестве суперфинишной, 4) осуществлять процесс ионной имплантации при низких температурах – во избежание деградации изменения поверхности и объема обрабатываемых мишеней в результате термостимулированных процессов, 5) контролировать и воспроизводить параметры процесса ионной имплантации с высокой точностью.

Стоимость ионно-лучевой модификации структуры и свойств материалов во многих случаях оказывается существенно ниже стоимости традиционных способов обработки.

К недостаткам метода следует отнести: 1) *малую толщину* модифицируемого: легируемого и повреждаемого (насыщенного радиационными дефектами) слоя (всего лишь несколько R_p^1), 2) наличие *геометрической тени* (т.к. ионы распространяются прямолинейно) и, следовательно, невозможность обработки скрытых поверхностей [12, 13].

Последний недостаток в значительной степени преодолевается путем использования специально разработанных методов имплантации из плазмы, в которую помещаются изделия сложной формы [14].

Увеличение протяженности модифицируемой зоны до нескольких десятков микрон за счет совмещения ионной имплантации с другими методами (Ion Mixing и Ion Assisted Deposition и т.п.) либо за счет использования высокоэнергетической ионной имплантации связано с существенным усложнением и удорожанием процесса. Сопоставимых по глубине результатов воздействия удастся добиться с использованием *мощных непрерывных низкоэнергетических и мощных наносекундных импульсных* пучков ионов [1-3].

Однако для многих технических применений было бы желательно увеличить глубину зоны влияния ускоренных ионов на структуру и свойства материалов еще как минимум на 1-2 порядка, что позволило бы модифицировать *субмиллиметровые и миллиметровые* слои материалов при их поверхностном облучении.

Как будет показано далее, глубина воздействия пучков ускоренных ионов на структуру и свойства конденсированных сред не ограничивается зоной легирования и зоной образования первичных дефектов, ввиду существенной роли *вторичных* процессов, в особенности мощных *динамических эффектов*, которые будут рассмотрены ниже. Но для полного понимания картины воздействия пучков ускоренных ионов на конденсированные среды рассмотрим сначала последовательно все основные процессы.

Торможение ускоренных ионов в среде. Торможение в конденсированных средах ускоренных ионов с энергией от нескольких десятков до нескольких сотен килоэлектронвольт (кэВ) обусловлено двумя наиболее существенными, с точки зрения потерь энергии, процессами [2, 12, 21]. Это *упругие столкновения с атомами* (ядрами) мишени с образованием выбитых из своих устойчивых положений атомов и *неупругие*

¹ Здесь R_p – средний проективный пробег иона в среде. Для рассматриваемого диапазона энергий ионов этот пробег не превышает нескольких десятых долей микрона.

взаимодействиями со связанными электронами (эффекты возбуждения и ионизации атомов мишени).

Для описания торможения ускоренных ионов в веществе в соответствии с этим вводят понятия сечений *электронного* и *ядерного* торможения $S_{e,n}$

$$S_{e,n} = -(1/N) (dE/dx)_{e,n}, \quad (1.1)$$

где dE/dx – потери энергии на единицу длины пробега иона (вследствие зависимости от энергии ионов эти потери изменяются по глубине мишени в ходе торможения), N – число атомов мишени в единице объема. Общий характер зависимости электронного и ядерного торможения от энергии показан на рис. 1.1. Численные значения обозначенных на этом рисунке характерных энергий $E_1 < E_2 < E_3$ для различных комбинаций ион-мишень содержатся в пределах: $E_1 = 1 - 10^3$ кэВ, $E_2 = 10 - 10^4$ кэВ, $E_3 = 10^3 - 10^6$ кэВ. В области энергий $E < E_3$ торможение ионов описывается теорией Линдхарда-Шарфа-Шиотта (ЛШШ-теория), а при более высоких энергиях – теорией Бете-Блоха (Н. Bethe, F. Bloch). При $E < E_2$ преобладают ядерные потери, а при $E > E_2$ – электронные [3, 21].

Теория ЛШШ дает для сечения электронного торможения соотношение $S_e(E) = qE^{1/2}$, где коэффициент q определяется значениями атомных масс и зарядов ядер бомбардирующих ионов и атомов мишени. Соотношение для $S_n(E)$ является более сложным и представляет собой зависимость, имеющую максимум в точке E_1 (рис. 1.1).

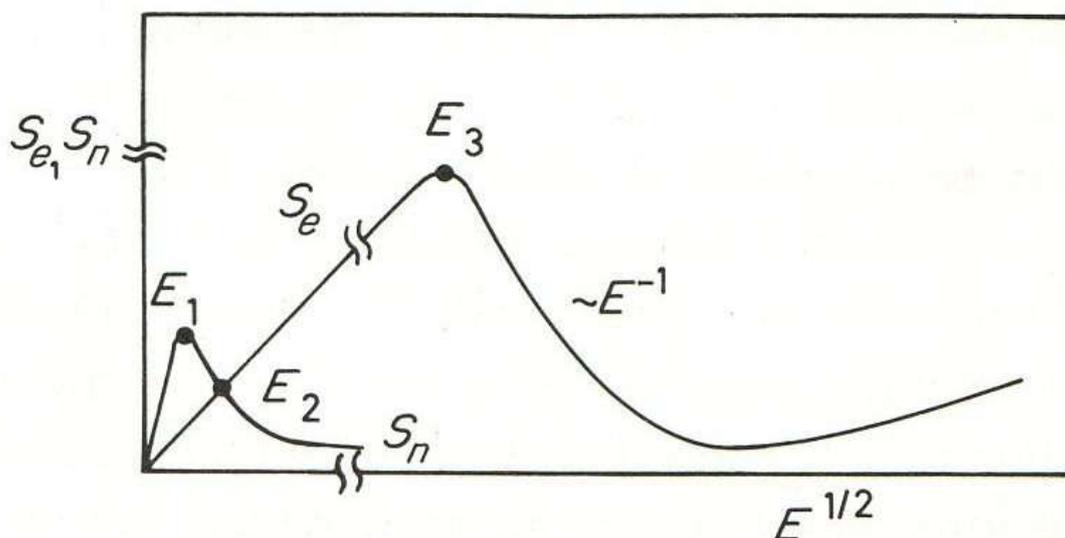
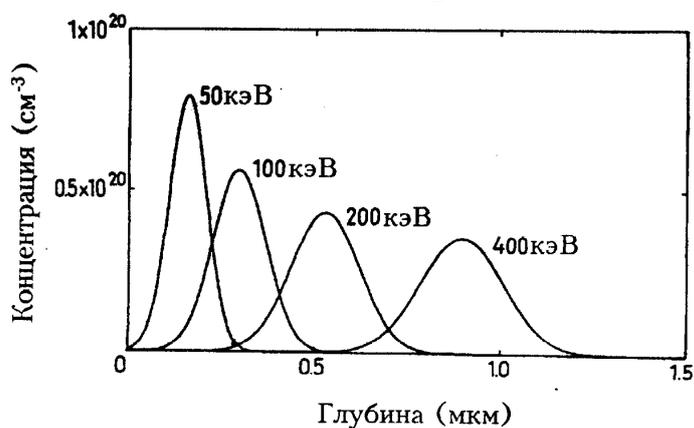


Рис. 1.1. Сечения электронного S_e и ядерного S_n торможения ионов как функция их энергии (схема) [12].

Согласно теории ЛШШ пробеги ионов по глубине мишени описываются гауссовым распределением $f(x) = (\sqrt{2\pi}\Delta R_p)^{-1} \exp[-(x-R_p)^2/(2(\Delta R_p)^2)]$ и характеризуются средним проективным пробегом R_p (в дальнейшем для простоты - проективным пробегом)² и стандартным отклонением ΔR_p , характеризующим разброс значений пробегов.



a

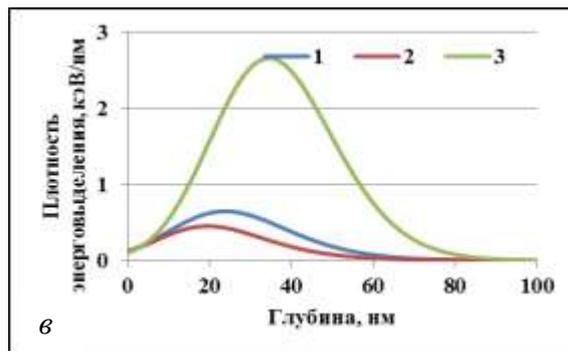
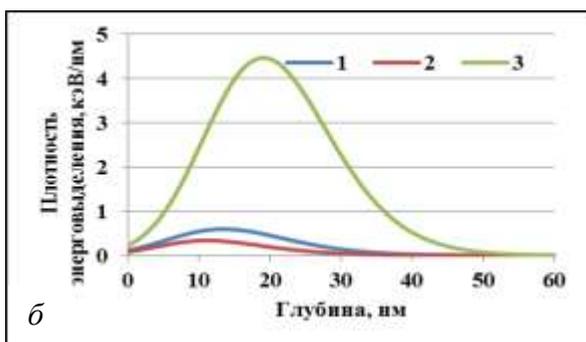


Рис. 1.2. Внедрение ускоренных ионов в вещество: а – теоретические концентрационные профили ионов бора (B^+) различной энергии при их внедрении в кремний [2]; б, в – профили концентраций (1), электронные (2) и ядерные потери (3) при внедрении ионов Ar^+ в чистый алюминий: $E=20$ кэВ (б) и 40 кэВ (в) [13].

Для кристаллических мишеней может наблюдаться заметное отклонение экспериментально наблюдаемых профилей распределения ионов по глубине от расчетных, вследствие эффектов ионного каналирования и распыления поверхностного слоя

² Средний проективный пробег (проективный пробег) ионов – среднее расстояние, на которое проникают в глубину плоской мишени ионы пучка, перпендикулярного ее поверхности (среднее значение проекции траектории иона на нормаль к облучаемой поверхности). Используется для характеристики глубины проникновения в вещество ионов фиксированной энергии.

падающими ионами, а также вследствие протекания процессов радиационно-усиленной диффузии [12, 13].

Основные механизмы воздействия ускоренных ионов на вещество. Иницируемые процессы. Среди наиболее значимых эффектов воздействия ускоренных ионов на конденсированные среды [1-3, 6, 11-13, 19, 21-39], можно выделить следующие:

А. В зоне пробега ионов глубиной несколько R_p :

1) отражение от мишени небольшой доли бомбардирующих атомов (в результате одного или нескольких столкновений в зоне пробега); 2) прямое кинетическое распыление части атомов поверхностного слоя [30]; 3) легирование поверхностного слоя, в том числе, до концентраций, существенно превышающих равновесные; 4) образование первично выбитых (из их устойчивых положений) атомов вещества, способных, при наличии у них достаточной энергии, выбивать другие атомы и т.д., с образованием в итоге каскадов атомных смещений (в том числе, одного или нескольких *плотных каскадов*³ атомных смещений в составе единого каскада); 6) эффекты ионного каналирования и атомной фокусировки на периферии каскадов (для тяжелых ионов при существенном снижении их энергии); 7) формирование, по мере развития каскадов *ионизационных пиков* (вследствие передачи энергии в электронную подсистему) и *пиков атомных смещений* (с локальным изменением плотности вещества) [1, 32]; 8) термализация (в течение $\sim 10^{-12}$ с) плотных каскадов атомных смещений с образованием разогретых до нескольких тысяч Кельвина *наноразмерных областей (термических пиков)* с последующей их закалкой со скоростью 10^{10} - 10^{15} К/с и, в некоторых случаях, дополнительным *термическим* распылением поверхности (за счет выплескивания областей термических пиков);

В. в зоне проникновения ионов и ее ближайшей окрестности $\sim (1-10)R_p$:

9) миграция и аннигиляция дефектов, образование комплексов из примесных и матричных атомов и дефектов, протекание процессов внутрикаскадной и внекаскадной (за пределами каскада) радиационно-усиленной диффузии; 10) изменение состава поверхностного слоя по глубине мишени (например, за счет обратного эффекта Киркендала [34]), 11) образование скоплений дефектов, вакансионных и газонаполненных пор; 12) образование локальных концентрационных неоднородностей сегрегаций, предвыделений, фаз; 13) растворение фаз; 14) формирование связанных с внедрением примесей высоких приповерхностных статических напряжений, способных инициировать фазовые превращения типа мартенситных в окрестности легируемой зоны (на глубине до 80-100 нм [31]).

³ Т.е. неразветвленных каскадов, когда все атомы компактной области участвуют в столкновениях.

С. В слоях протяженностью, существенно (в 10^3 и более раз) превышающей проективные пробеги ионов:

15) общий нагрев поверхностных слоев материалов пучками ионов, термические фазовые и внутрифазовые процессы в объеме мишеней при их существенном разогреве; 16) генерация дислокаций при *высоком флюенсе* имплантации и перемещение этих дислокаций в объем вещества на глубину до $L \sim 10^3 R_p$ и более [2]; 17) образование послекаскадных решеточных *ударных волн* (в результате эволюции *наноразмерных* областей плотных каскадов), а также волн сжатия с напряжениями, превышающими реальный предел текучести, и их распространение в среде [7, 8, 26, 27]; 18) инициирование послекаскадными ударными волнами самораспространяющихся фазовых превращений в метастабильных средах (см. п. 1.2).

Необходимо отметить, что при использовании импульсных пучков ионов с высокой плотностью ионного тока в импульсе ($j > 200$ А/см² [1]) имеет место плавление и испарение поверхностного слоя и, вследствие этого, отсутствие эффекта легирования. При интенсивных импульсных воздействиях инициируются также мощные *термоупругие волны*, способные изменять структуру и свойства материалов далеко за пределами зоны внедрения ионов в вещество [1, 13, 14]; 13) Следует иметь в виду также то, что возбуждение электронной подсистемы [6, 28], особенно существенное при *высокоэнергетической* имплантации, может приводить к интенсивному разогреву и плавлению конденсированных сред в области трека иона (в результате перекачки энергии из электронной подсистемы в ионную).

Однако как *высокоэнергетическая*, так и *импульсная* ионная имплантация не имеют прямого отношения к данной работе, посвященной изучению воздействия мощных *непрерывных* пучков ионов на чистые металлы и сплавы на основе алюминия.

Проведенный анализ, безусловно, не исчерпывает всей совокупности физических процессов в ходе ионной бомбардировки. Их классификация является весьма сложной задачей, тем более, с учетом наложения и взаимного влияния различных процессов.

Следует отметить, что физика воздействия разных видов ионизирующих излучений на конденсированные среды: *тяжелых заряженных частиц* (т.е. осколков деления и ионов, начиная с протона), *нейтронов*, *β -частиц*, *γ -* и *рентгеновского излучения* на вещество существенно различна. Поэтому механизмы такого воздействия для каждого вида излучения должны рассматриваться отдельно. Тем не менее, *объединяющим* для всех повреждающих излучений (частиц и жестких гамма-квантов) является то, что они создают в веществе *первичные атомы отдачи* [6, 14].

После образования первичного атома отдачи, физика воздействия всех видов излучения на вещество фактически сводится к одним и тем же процессам. В зависимости от энергии каждый *первичный атом отдачи* образует либо единичную *френкелевскую пару* (выходя в междоузлие и оставляя на своем прежнем месте вакансию), как это обычно бывает при облучении электронами ($E > 0,5$ МэВ) и жесткими гамма-квантами, либо *каскад атомных смещений* (который может включать в себя целую серию плотных каскадов) [6].

Установлено, что электроны с $E > 0,5$ МэВ и жесткие γ -кванты образуют в тонких пластинках (большой частью мы будем иметь в виду металлы и полупроводники) равномерно распределенные по объему френкелевские пары (вакансия–междоузельный атом). Кроме того, эти виды излучения ионизируют либо возбуждают отдельные атомы [14].

Более тяжелые частицы: реакторные *нейтроны*, *тяжелые ионы* и *осколки деления*, наряду с ионизацией атомов вещества, способны породить *каскады атомных смещений*. Тяжелые ионы в матрицах из тяжелых атомов, когда в ходе торможения пробег между двумя столкновениями становится относительно малым, образуют упомянутые выше *плотные каскады* атомных смещений [6].

В конце 80-х годов прошлого века российскими и зарубежными учеными было показано, что последние, являясь *зонами взрывного энерговыделения*, эмиттируют *послекаскадные ударные волны* [6, 7, 26, 32]. Ниже будет показано, что такие волны оказывают интенсивное *радиационно-динамическое* воздействие на вещество и в некоторых случаях способны инициировать на своем фронте структурно-фазовые превращения. Такого рода эффекты позволяют осуществить прорыв в *радиационной обработке* материалов. В частности, они дают возможность: 1) значительно увеличить *глубину воздействия* потоков тяжелых заряженных частиц (в частности *тяжелых ионов*) на конденсированные среды, 2) существенно *снизить температуру* и 3) многократно *ускорить протекание* ряда процессов [14].

Изначально же наибольшее внимание было сосредоточено на изучении *приповерхностного* слоя, толщина которого соизмерима с величиной пробега внедряемых ионов в твердом теле. Проективный пробег ионов средних энергий (10-100 кэВ) не превышает *десятых долей микрона*. Данные экспериментального и теоретического исследования процессов, которые имеют место в поверхностном *ионно-легируемом слое*, содержатся в многочисленных статьях, монографиях и обзорах [1-3, 11-17, 21, 22, 32-36].

Однако, с учетом того, что целью настоящей работы являлось изучение и практическое применение физических эффектов, способных обеспечить ионно-лучевую модификацию *протяженных* приповерхностных объемов конструкционных материалов,

а именно, полос промышленных алюминиевых сплавов толщиной до *нескольких миллиметров*, остановимся, главным образом, на фактах об аномально глубоком воздействии пучков ускоренных ионов на структуру и свойства материалов, начиная с эффектов на глубине $\sim 10 R_p$ и вплоть до $(10^3-10^5) R_p$ и более.

1.2. Краткий обзор экспериментальных данных об изменении структуры и свойств материалов при ионной бомбардировке на глубине, многократно превышающей проективные пробеги ионов

Имеется достаточно большое количество фактов аномально глубокого воздействия ионного облучения на структуру и свойства материалов [2, 6, 18-20, 23-25, 37-55]. Обнаруженные в указанных работах и другие подобные факты, касающиеся изменения структуры и свойств конденсированных сред на глубине, многократно превышающей проективные пробеги ускоренных ионов, получили название *«эффектов дальнего действия»* при ионном облучении.

Так, в результате облучения ионами во многих случаях наблюдается значительное повышение микротвердости и износостойкости [29, 53-68] приповерхностных слоев материалов, имеющих толщину от нескольких единиц до нескольких сотен микрометров. Имеются сведения об изменении *строения, элементного и фазового состава* приповерхностных слоев материалов аномально большой протяженности [18-20, 39-48, 69-98], установленные методами каналирования α -частиц, полевой ионной микроскопии (ПИМ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), рентгеноструктурного анализа, ядерного гамма-резонанса [99] и др. Так, например, обнаружено сверхглубокое проникновение внедряемой примеси в различные материалы обычно это касается примесей малого радиуса в условиях высоких плотностей ионного тока и повышенных температур имплантации) [15, 16, 39, 69-71]. Регистрируется образование *точечных дефектов* и их *кластеров*, вакансионных и газонаполненных *пор*, дислокационных петель, а также специфических дислокационных структур на аномально большой глубине [72-98]. Обнаружено изменение *структуры и фазового состава* приповерхностных слоев материалов толщиной, существенно превышающей толщину легируемого поверхностного слоя [2, 6, 18-20, 23, 24, 40-48, 99]. Эти данные являются прямым доказательством существования неких *эффектов дальнего действия* характера при ионном облучении.

Объяснение **причины дальнего действия** оказалось непростой задачей. Предложены различные механизмы, некоторые из которых можно считать достоверными. Другие

нуждаются в дальнейшей *разработке* и более полном экспериментальном *подтверждении*. Имеется ряд не до конца исследованных явлений.

Так, известны эффекты увеличения глубины проникновения внедряемых примесей и глубины образования радиационных дефектов, связанные с особенностями *уравнений движения* каскадных атомов в материалах, имеющих правильную кристаллическую решетку (каналирование, фокусированные замещения [12, 32]), а также эффекты, обусловленные *радиационно-стимулированной (радиационно-усиленной) диффузией и трибодиффузией*⁴ [14, 24]. Согласно достаточно строгим расчетам и достоверным экспериментальным данным, эти эффекты являются весьма незначительными. Соответствующая глубина проникновения ионов и дефектов не превышает всего лишь $\sim 10 R_p$, где R_p – средний проективный пробег ионов [14, 24, 68].

Рядом авторов, было впервые предложено использовать идею *коллективных процессов* формирования и распространения *упругих решеточных волн* [7, 26, 27, 53-55, 61, 100-102], связанных с аннигиляцией пар Френкеля для объяснения эффектов дальнего действия.

В соответствии с гипотезой, высказанной в работе [8], процессы аннигиляции пар Френкеля должны иметь своим следствием «мгновенный» локальный разогрев решетки, сопровождающийся расширением разогретой области (в состав которой входит *несколько десятков* атомов) и генерацией упругих волн, способных инициировать безактивационную миграцию междоузельных атомов, и, кроме того, избирательно раскачивать все дефекты решетки, а также все атомы, выделяющиеся на фоне матрицы. Эффект "радиационной тряски" [103] нашел подтверждение в работах, посвященных численному моделированию неустойчивых френкелевских пар.

В работе [101] сделана попытка объяснить механизм усиления упругих волн в ходе их распространения в кристалле с дефектами. Было сделано предположение о том, что упругая волна, инициируя перестройку дефектов (например, рекомбинацию пары Френкеля), рождает другую упругую волну. При этом поле порождаемой волны компенсирует затухание исходной. Такой эффект возможен при концентрации дефектных кластеров $> 10^{15} \text{ см}^{-3}$. По мнению автора работы [39], столь высокая концентрация кластеров дефектов в процессе облучения возможна *лишь в зоне пробега ионов*, в которой постоянно генерируются дефекты. На *большей глубине*, даже если изначально и была такая высокая концентрация дефектов, после первых импульсов упругих волн эти

⁴ Трибодиффузией называют процесс миграции имплантированных атомов от разогреваемой в процессе трения поверхности вглубь вещества.

дефекты отожгутся (т.е. произойдет их рекомбинация), и в дальнейшем **усиления волн не будет.**

Выше уже было отмечено аномально глубокое (до нескольких десятков микрон) проникновение *примесей внедрения*, имеющих малый атомный радиус, которое достигается при использовании сильноточных пучков ионов *низких энергий* (измеряемых единицами кэВ) и *высоком флюенсе* облучения. Оно стимулируется разогревом мишеней и наличием дефектов и измеряется *десятками микрометров* [3]. Но это скорее *не имплантационный*, а *имплантационно-диффузионный* эффект.

Ни один из перечисленных механизмов *не объясняют* эффекты модификации структуры и свойств материалов при облучении ионами *большого радиуса* (в том числе ионами инертных газов), а также гораздо более глубоких приповерхностных слоев материалов (протяженностью от *сотен микрон* до нескольких *миллиметров*), включая эксперименты по кратковременному (1-2 с) облучению *низким флюенсом* (начиная с 10^{14} см^{-2}) [9, 24, 44, 104].

До последнего времени, вряд ли бы кто-либо взялся до опыта предсказать, будут ли вообще наблюдаться эффекты дальнего действия, и в какой степени они будут проявлять себя, для тех или иных типов ионов, а также состава и состояния мишени.

В настоящее время известны два подтвержденных экспериментально механизма дальнего действия, характеризующиеся *наиболее протяженной* зоной воздействия [14]. Они связаны: 1) с генерацией дислокаций в *статических* полях напряжений от внедряемых примесей при *высоком флюенсе* имплантации и перемещением этих дислокаций в объем вещества на глубину до $L \sim 10^3 R_p$ и более (этот механизм исследован и описан в работах Диденко А.Н., Козлова Э.В., Шаркеева Ю.Н., Лигачева А.Е., Рябчикова А.И. и др. [2, 25, 58, 84-89, 92-98]) и 2) с иницированием пучками тяжелых ускоренных ионов самораспространяющихся вглубь вещества структурно-фазовых превращений в *метастабильных* средах с повышенной запасенной энергией (уже при *низких флюенсах* облучения, начиная с 10^{14} см^{-2} ; соответствующее время облучения может измеряться несколькими секундами) на глубине до $L \sim 10^4 \div 10^5 R_p$. Эти быстропротекающие процессы были обнаружены в Институте электрофизики УрО РАН [18, 19, 23, 40, 41].

В последнем случае регистрируемые эффекты связаны с уже упоминавшимся *радиационно-динамическим* воздействием пучков ионов на конденсированные среды, которое связано с распространением *послекаскадных ударных* волн, рождающихся в ходе эволюции плотных каскадов атомных смещений. Роль этих эффектов в воздействии на строение и свойства материалов является не просто существенной, но и во многих случаях решающей. В связи с этим рассмотрим их природу более подробно.

1.3. Радиационно-динамические эффекты при корпускулярном облучении

«Эффект малых доз», состоящий в существенном воздействии ионизирующих излучений на структуру и свойства материалов при крайне незначительном числе смещений на атом [105, 106], а также «*эффекты дальнего действия*» при облучении конденсированных сред заряженными частицами массой, равной или превышающей массу протона [16, 39], не получили убедительного объяснения, на основе классических представлений.

Очевидно также, что попытки объяснения этих явлений исключительно на основе анализа процессов образования при облучении пар Френкеля, дислокаций и других типов дефектов не являются основательными, так как масштабы дальнего действия во многих случаях многократно превышают размеры отдельных кристаллитов (зерен) в поликристаллах, в то время как границы последних являются стоками либо препятствиями для структурных дефектов.

Основная масса предложенных моделей (механизмов) дальнего действия не принимает во внимание специфику *отклика* подвергаемой воздействию *среды*, однако, в последнее время установлено, что такой отклик может иметь решающее значение.

Анализ различных аспектов воздействия ионизирующих излучений на вещество [6], в связи с отмеченными проблемами, свидетельствует об особой роли *радиационно-динамической составляющей* воздействия ионизирующих излучений на *метастабильные среды*.

Картина распределения радиационных дефектов, производимых в результате облучения материалов частицами, масса которых превышает массу электрона (такими частицами являются реакторные нейтроны, осколки деления и ускоренные ионы с энергиями от 10^3 - 10^4 до 10^7 - 10^8 эВ), не представляет собой совокупность однородно распределенных в объеме вещества пар Френкеля (рис. 1.3 а), а является, согласно [34, 107], абсолютно иной (рис. 1.3 б-г, 1.4 а).

Хорошо известно, что реакторные нейтроны создают *первично выбитые* из узлов решетки атомы отдачи, способные смещать в свою очередь другие атомы и т. д. В итоге, первично выбитый атом порождает *один* или *несколько плотных каскадов*⁵ атомных смещений (рис. 1.3 б). Такие каскады включают в себя от нескольких сотен, до нескольких десятков тысяч атомов вещества. По мере развития каскада каждый из атомов многократно изменяет свою кинетическую энергию, сталкиваясь с соседними атомами, до момента образования «*термического пика*» (см. раздел 1.1).

⁵ Т.е. неразветвленных каскадов, когда все атомы компактной области участвуют в столкновениях.

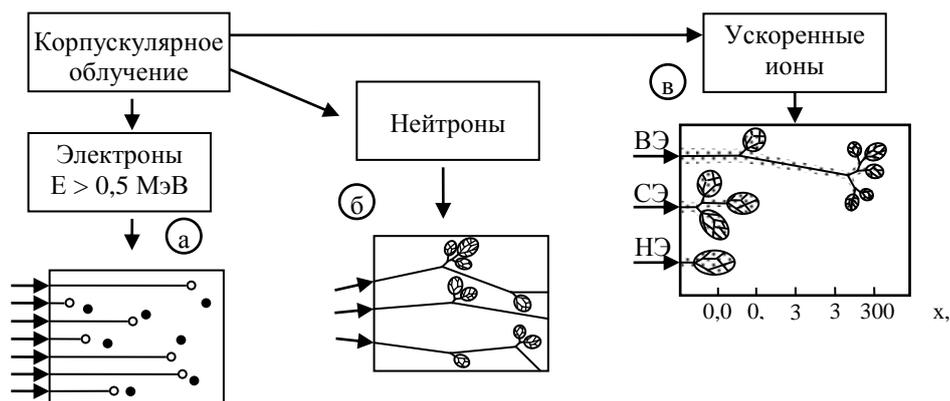


Рис. 1.3. Характер радиационных повреждений при корпускулярном облучении: (а) электроны (единичные пары Френкеля), (б) нейтроны (зоны прохождения плотных каскадов атомных смещений – «обедненные зоны»), см. рис. 1.4; (в) тяжелые ионы и осколки деления (области ионизации, области плотных каскадов). На схеме (в), выполненной без учета масштаба, выделены случаи облучения ионами высоких, средних и низких энергий: ВЭ, СЭ и НЭ [6].

Относительно малая доля взаимодействий, сопровождающаяся возбуждением ядер и ядерными реакциями, не играет существенной роли для дальнейшего анализа.

Торможение осколков деления, а также ускоренных ионов и быстрых атомов отдачи в конденсированных средах обусловлено не только упругими столкновениями с атомами вещества, но и неупругой передачей энергии электронной подсистеме, затрачиваемой на возбуждение и ионизацию атомов (неупругие потери).

По мере торможения осколков деления и высокоэнергетических ионов неупругие потери уменьшаются, а сечение упругих взаимодействий возрастает, при этом все чаще образуются первичные атомы отдачи (с наиболее вероятной энергией в диапазоне 10^4 - 10^6 кэВ). Каждый из таких атомов образует один либо несколько плотных каскадов атомных смещений, как и в случае облучения реакторными нейтронами (рис. 1.3 в).

В случае ионов низких и средних энергий (1-100 кэВ [2]) потери на упругие и неупругие столкновения сопоставимы по величине и локализуются, главным образом, в объеме плотных каскадов атомных смещений. Соотношение доли упругих и неупругих потерь в плотном каскаде представлено в работах [2, 3, 6]. Вклад других возможных механизмов торможения для рассматриваемого нами диапазона энергий заряженных частиц либо пренебрежимо мал, либо полностью отсутствует.

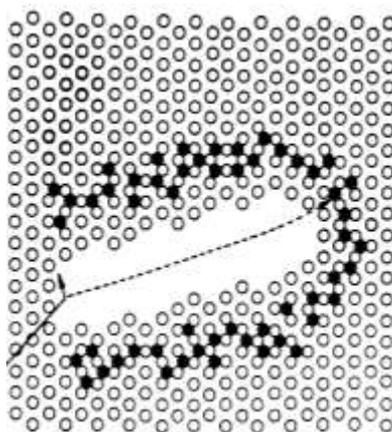


Рис. 1.4. Схема «обедненной зоны», образующейся после прохождения каскада атомных смещений [17].

Формирование послекаскадных ударных волн в ходе эволюции плотных каскадов атомных столкновений. Эволюция каскада атомных столкновений (смещений), приводящая в итоге к его термализации (т.е. к образованию «термического пика», когда устанавливается максвелловское распределение движущихся частиц по скоростям) занимает время порядка 10^{-12} с [33]. Для сопоставления, характерные времена химического и ядерного взрыва составляют, соответственно, $\sim 10^{-5}$ и 10^{-8} с [6].

Усредненная форма каскадной области для пучка тяжелых ионов одинаковой энергии, падающего нормально на поверхность плоской мишени, в условиях отсутствия каналирования представляет собой эллипсоид вращения [1, 4] (см. рис. 1.5). В целях проведения оценок для не слишком легких ионов ($M \geq 10$ а.е.м.) допустимо использование эффективного радиуса R_0 каскада: $R_0 = (\Delta R_{\parallel} \cdot \Delta R_{\perp}^2)^{1/3}$. Типичное значение R_0 для *плотного* каскада, порожденного ионом или атомом отдачи с энергией $E > 10$ кэВ, составляет 5-10 нм.

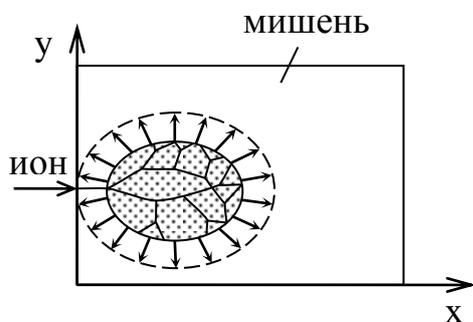


Рис.1.5. Эмиттация наноударной волны плотным каскадом атомных столкновений (x и y – продольная и поперечная координаты) [6].

Важным, с точки зрения оценки величины радиационно-динамического вклада в воздействие, оказываемое ускоренными ионами на вещество, является то, что даже в случае металлов время, требуемое для отвода тепла из области каскада указанных размеров достаточно велико (не менее 10^{-11} с [32]). Это время на порядок превышает время термализации каскада.

Предельное значение температуры каскадной области может быть оценено как отношение E/N энергии первичного атома отдачи (либо ускоренного иона) к числу атомов вещества в термализованном каскаде⁶, что хорошо согласуется с оценками, полученными методом Монте-Карло [4, 32] и экспериментальными данными [4, 30: с. 90, 107]. Для тяжелых ионов эта температура может достигать от 5000-6000 К и выше. Неожиданно, что она растет с уменьшением энергии первичного атома отдачи (или ускоренного иона). Последнее определяется соотношением скорости роста энергии иона и соответствующего объема каскада (согласно [108] E/N снижается с ростом N). Очевидно, что в области каскада, в силу его малости, реализуется лишь квазиравновесное состояние, которое становится все более неравновесным по мере уменьшения энергии первично выбитого атома и размеров каскада.

Оценки показывают, что скорость выделения энергии в плотных каскадах практически такая же как, как в ходе ядерного взрыва (температура ядерной плазмы $\sim 10^8$ К), в то время как удельное энерговыделение более чем в 10^4 раз ниже [6].

Верхний предел давления в каскадной области может быть оценен как $p = \frac{E}{V}(c_p / c_v - 1)$ [1, 6, 46], и достигает, нескольких единиц или даже десятков ГПа. Вследствие резкого расширения сильно разогретой каскадной области может возникнуть почти сферическая (в случае не слишком легких ионов) ударная волна (рис. 1.6).

Благодаря наличию механизмов фокусировки по выделенным направлениям кристалла [6, 27, 109, 110], исходно сферическая волна может выродиться во фрагменты плоских волн (рис. 1.7).

⁶ Это, вообще говоря, справедливо только для диэлектриков. В случае полупроводников и металлов с малым количеством структурных дефектов, и, соответственно, характеризующихся большой длиной свободного пробега электронов, энергия, выделяемая в электронную подсистему (электронное торможение) порядка $0.2E$ [3], уносится из области плотного каскада [39] быстрее, чем успевает «перекачаться» в ионную.

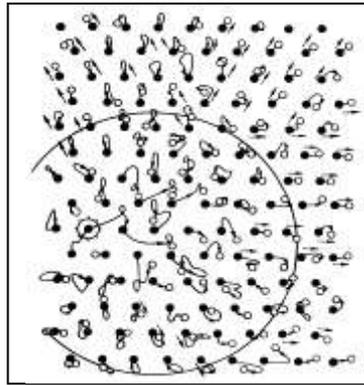


Рис. 1.6. Результаты моделирования термического пика (thermal spike) методом молекулярной динамики [27].

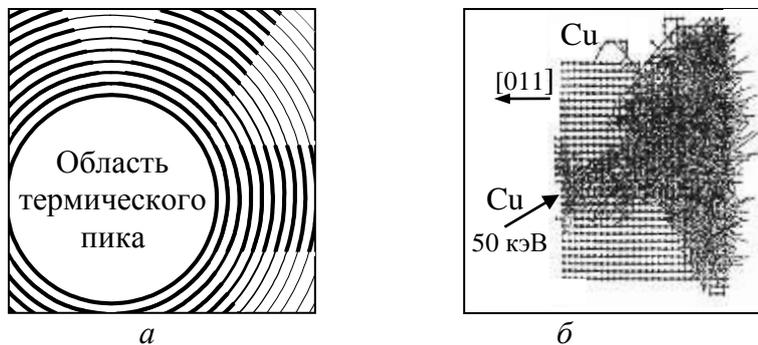


Рис.1.7. Схема (а), иллюстрирующая формирование фрагментов плоских волн из исходной сферической волны, вследствие действия механизмов фокусировки [109]; и развитие плотного каскада: Cu → Cu (б) (моделирование на суперкомпьютере [110])

Наиболее вероятное значение энергии первичных атомов отдачи для реакторных нейтронов и тяжелых заряженных частиц заключена в диапазоне от нескольких десятков до нескольких сотен кэВ. В таком случае атомы отдачи порождают на длине их пробега (в пределах ~ 1 мкм) один или несколько плотных каскадов атомных столкновений. Это означает, что формирование *наноразмерных зон* взрывного энерговыделения с испусканием *наноразмерных ударных волн* представляет собой общее явление для всех видов корпускулярного излучения (исключение составляют легкие частицы массой меньшей массы нуклона).

Последнее относится и к процессам самооблучения расщепляющихся материалов (рис. 1.8) [111], сопровождающихся их старением.

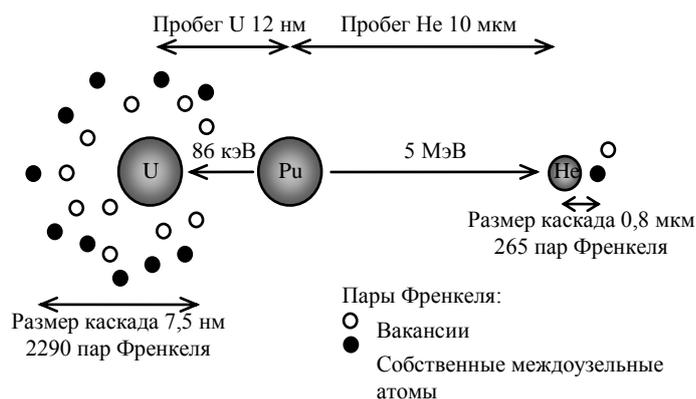


Рис. 1.8. Образование плотного каскада осколком деления в плутонии [111].

Следует отметить, что взрывное энерговыделение с эмиттацией уединенных ударных волн до сих пор фактически никак не учитывается при исследовании поведения конденсированных сред, в том числе сред с высокой запасенной энергией в условиях облучения.

Распространение послекаскадных волн в стабильных средах. Распространение послекаскадных волн в термодинамически равновесных (*стабильных*) средах исследовалось в работах [7, 8, 27] и др. Согласно известным оценкам [8], величина давления на фронте послекаскадных ударных волн при облучении тяжелыми ионами может превышать не только реальный (обусловленный напряжениями разблокировки дислокаций), но и теоретический предел текучести, являющийся характеристикой бездефектных кристаллов. То есть напряжения на фронте послекаскадной волны могут быть достаточны для течения бездефектного материала с перемешиванием атомов среды. При этом могут генерироваться новые дислокации и другие дефекты при прохождении фронта волны. Вслед за областью повышенного давления следует волна разгрузки [6, 8].

Прохождение большого числа уединенных ударных волн порождает аномальный массоперенос [112], являющийся альтернативой диффузионному массопереносу. Резко увеличивается число смещений на атом не только в зоне пробега ионов (см., например, [18]), но и в объеме материала, хотя температура при этом может быть недостаточной для активации процессов диффузии и радиационно-усиленной диффузии. Различие энергий парного взаимодействия w_{ij} для атомов разного сорта (в условиях «радиационно-динамического» течения материала на фронте волны) может являться причиной *коррелированных перегруппировок* атомов [47] и, как следствие, *внутрифазовых перестроек и фазовых превращений* [18, 47] в конденсированных средах, приводящих к

образованию ближнего и дальнего атомного порядка (в обычных условиях такие процессы контролируются диффузионными процессами).

Численное моделирование [113] показало, что ударная волна способна преодолевать границу зерна с потерей порядка 10-20% своей энергии.

За счет высокого давления на фронте послекаскадных ударных волн они могут инициировать и бездиффузионные процессы типа мартенситных превращений (так черты бездиффузионного превращения, инициируемого ионным облучением, носит обратное $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение в сплаве $\text{Fe}_{69}\text{Ni}_{31}$ [114]).

Пробег сферической послекаскадной волны *в стабильной среде* до уровня ее десятикратного затухания, составляет (для типичных значений $R_0 \sim 5-10$ нм) всего лишь несколько десятков нанометров, что не позволяет объяснить «эффекты дальнего действия» на гораздо больших расстояниях, составляющих десятки, сотни и даже тысячи микрометров (см. раздел 4).

Теоретические модели самоподдерживающихся (самораспространяющихся) радиационно-индуцированных структурно-фазовых превращений в метастабильных средах. Распространение послекаскадных волн в *метастабильных* средах впервые исследовано в работах [6, 114, 115].

Метастабильная среда пребывает не в абсолютном (глобальном), а в некотором промежуточном, менее глубоком (локальном), минимуме энергии, который отделен от глобального минимума некоторым энергетическим барьером Δf (рис. 1.9).

Для преодоления этого барьера нужна либо флуктуация энергии (после чего процесс протекает самопроизвольно с выделением энергии), либо достаточную энергию необходимо передать критическому объему вещества извне, что имеет место, например, в результате образования термических пиков в ходе ионной бомбардировки. Облучение, приводящее в итоге к генерации ударных волн, играет в этом случае роль спускового механизма.

В результате преодоления потенциального барьера Δf выделяется энергия большая, чем Δf , на величину $\Delta F' = -\Delta F > 0$ (рис. 1.9).

Из общих соображений понятно, что в случае, когда скорость диссипации энергии волны в процессе ее распространения в метастабильной среде (т.е. скорость затухания волны) не превышает скорости выделения энергии на фронте инициируемого волной фазового превращения, такая волна может стать самораспространяющейся.

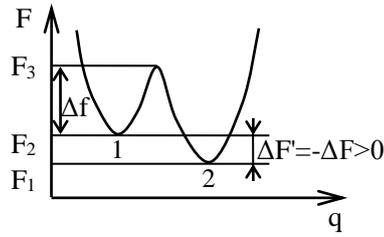


Рис.1.9. Схема изменения свободной энергии системы (1 - метастабильное, 2 – стабильное состояние) [6].

Авторами работы [114] рассмотрено распространение уединенной волны жесткого профиля в неравновесной среде (рис. 1.10, а). С учетом метастабильности среды, вместо обычного уравнения затухания: $d\varepsilon/d\xi = -2\beta\varepsilon$ было использовано уравнение $d\varepsilon/d\xi = -2\beta\varepsilon + \Delta F'/(kG)$, отражающее факт выделения энергии на фронте волны, инициирующей структурно-фазовые превращения, где ε – энергия в максимуме волны (в расчете на атом среды), $\xi = x$, $\beta = \delta/v$ для плоской и $\xi = r$, $\beta = \delta/v + 1/r$ для сферической волны (x и r – координаты фронта, v – скорость волны, δ – коэффициент поглощения), k и G – коэффициент формы и ширина профиля волны на половине высоты (для гауссовского профиля волны $k = \sqrt{\pi/4 \ln 2} \approx 1,06$ [116]). Для плоской волны решение имеет вид⁷:

$$\varepsilon(x) = \begin{cases} \varepsilon_0 \exp[-2\delta(x - x_0)/v], & \varepsilon_0 < \Delta f, \\ \varepsilon^* - (\varepsilon^* - \varepsilon_0) \exp[-2\delta(x - x_0)/v], & \varepsilon_0 \geq \Delta f, \end{cases} \quad (1.1)$$

где $\varepsilon^* = v\Delta F'/(2\delta \cdot kG)$.

При $\varepsilon_0 < \Delta f$ (рис. 1.10) имеет место обычное затухание волны. При $\varepsilon_0 > \Delta f$ и одновременном выполнении неравенства $\varepsilon^* > \Delta f$ формируется авторегулируемая по амплитуде волна, которая восстанавливает исходную амплитуду в случае ее возмущения неоднородностями среды. Анализ особенностей решений уравнения (1.1) для любых других значений управляющих параметров ε_0 , Δf и ε^* также достаточно прост. Учитывая приведенную выше оценку скорости затухания сферической уединенной волны в стабильной среде (соответствующий радиус пробега ~ 100 нм), а также учитывая, что ширина профиля послекаскадной ударной волны на половине высоты, согласно [8], величина порядка 1 нм, легко получить, что условие $\varepsilon^* > \Delta f$ выполняется уже, ориентировочно, при $\Delta F'_{cr} > 0.02 \Delta f$.

⁷ Для сферической волны решение имеет более сложный, но качественно аналогичный вид.

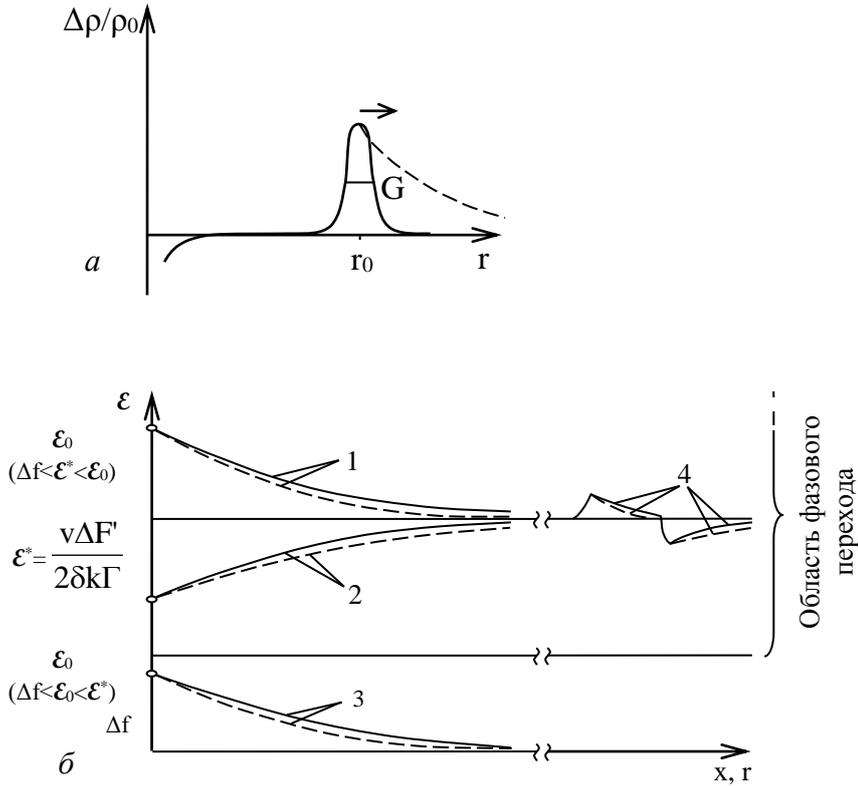


Рис. 1.10. Профиль (а) послекаскадной ударной волны (относительное изменение плотности среды) и графическое изображение решения уравнения $d\varepsilon/d\xi = -2\beta\varepsilon + \Delta F'/(k\Gamma)$ для плоской (сплошная линия) и для сферической (штриховая линия) волны (б): (1, 2 и 4) - незатухающая саморегулируемая по амплитуде волна, 3 – затухающая волна [6].

Из этого следует, что даже при весьма малой подпитке волны в результате структурно-фазового превращения она становится незатухающей. Необходимо лишь, чтобы энергия быстрой частицы, выделяемая при торможении в плотном каскаде (в расчете на атом каскада: $E/N \geq \varepsilon_0$), заведомо превышала энергию, требуемую для преодоления энергетического барьера Δf , разделяющего стабильное и метастабильное состояние. Кроме того, размер (радиус) R_0 каскада должен существенно превышать характерную длину теплопроводности (для того, чтобы тепло не успело “убежать” из области плотного каскада до его термализации и излучения послекаскадной ударной волны):

$$\sqrt{\alpha\tau} \ll R_0 < \left(\frac{E}{\frac{4}{3}\pi\rho\Delta f} \right)^{1/3}, \quad (1.2)$$

где τ – время термализации каскада, α – коэффициент температуропроводности, ρ – атомная плотность вещества (см^{-3}).

В работе [115] к рассматриваемой задаче был применен более строгий гидродинамический подход. В качестве уравнения состояния было использовано уравнение *Альтиулера-Буимана-Фортва* (см. также вариант уравнения и обозначения, приведенные в работе [7]).

Анализ был проведен для конкретного сплава $\text{Fe}_{69}\text{Ni}_{31}$, в котором ранее наблюдалось [6, 19, 23, 41, 44] индуцированное ионным облучением (Ar^+ , 20 кэВ) обратное бездиффузионное ОЦК (α) \rightarrow ГЦК (γ) фазовое превращение. Превращение протекает в течение нескольких секунд облучения, при температуре, существенно более низкой (на $80\text{-}100^\circ\text{C}$), чем аналогичное термическое превращение. Численное решение уравнений показало (рис. 1.11), что с увеличением энергии, выделяемой на фронте уединенной волны в ходе фазового превращения, на зависимости амплитуды волны от расстояния формируется плато, размер которого постепенно увеличивается, и при $\Delta F' > \Delta F'_c$ возникает режим, когда волна превращения становится незатухающей. Это в основных чертах подтверждает описанные выше результаты моделирования прохождения солитонной волны жесткого профиля в метастабильной среде.

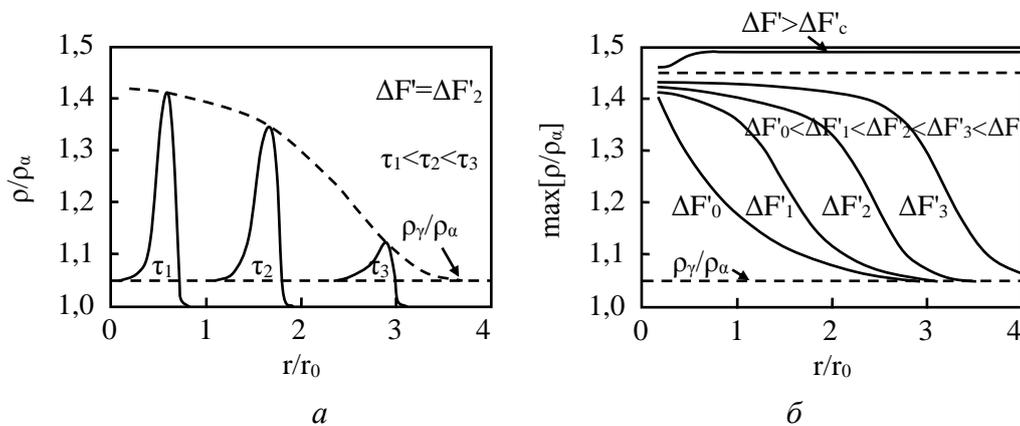


Рис. 1.11. Численные решения гидродинамических уравнений: (а) профиль волны в зависимости от времени, (б) изменение атомной плотности в максимуме волны для различных значений $\Delta F'$, незатухающая волна фазового превращения при $\Delta F' > \Delta F'_c$ [6].

Таким образом, рекордная глубина воздействия пучков ускоренных ионов на материалы может быть достигнута на основе использования «радиационно-динамических» эффектов [6, 18, 19].

К сожалению, прямых экспериментов по определению плотности энергии, выделяемой в каскадах атомных смещений в ходе ионной бомбардировки, нет. Имеются лишь косвенные данные по распылению атомов (предположительно из области термических пиков), полученные с использованием времяпролетной методики [30]. Проведение прямых экспериментов является весьма актуальным, как с чисто научной точки зрения, так и в связи с возможностью экспериментального определения параметров энерговыделения в областях термических пиков, что позволяет получить оценки температур и давлений. В итоге **это явилось одной из задач** настоящего исследования.

Экспериментальные исследования радиационно-динамических эффектов. В работах [6, 18-20, 23, 24, 40-48] показано, что в *метастабильных средах* (состояние которых отвечает не *абсолютному*, а некому *промежуточному* минимуму свободной энергии) воздействие пучков ускоренных ионов в определенных условиях способно инициировать быстропротекающие процессы нетепловой природы, имеющие сходство с явлениями горения и детонации, вызывающие переход этих сред в равновесное или близкое к равновесному состояние (за исключением зоны протяженностью в несколько R_p , непосредственно подвергаемой деструктивному воздействию ионов).

Рассматриваемые превращения характеризуются *высокой скоростью* протекания. Время облучения до их завершения, во многих случаях не превышает нескольких *секунд* или даже *долей секунды*. Толщина приповерхностных слоев, в которых протекают такие превращения, в некоторых случаях достигает нескольких *сотен микрометров* [6, 20, 46] и иногда даже нескольких *миллиметров* [9, 10, 116], что более чем в 10^4 - 10^5 раз превышает проективные пробеги ионов R_p .

Рассматриваемое явление оказалось достаточно общим. Оно характерно для воздействия как газовых, так и металлических ионов средних энергий (от 10 до 100 кэВ) на метастабильные сплавы и к настоящему времени наблюдалось в ультрамелкозернистых Fe, Cu, Mo (с размером микрокристаллитов $\sim 0,2$ мкм), а также в целом ряде сплавов: Fe-Ni, Fe-Al, Fe-Si, Fe-Mn, Fe-Cr, Pd-Cu, Fe-Pd-Au [6, 18-20, 23, 24, 40-47, 117].

Исследование модельных сплавов. В работе [40] методом мессбауэровской спектроскопии обнаружено, что воздействие ионов N^+ ($E = 20$ кэВ, $j = 50$ мкА/см², $\Phi = 10^{17}, 10^{18}$ см⁻²) на сплав Fe_{93,75}Si_{6,25} (фольги толщиной 400 мкм) приводит к увеличению степени ближнего порядка во всем объеме мишени по сравнению с максимально термически упорядоченным состоянием после длительного (в течение нескольких часов) ожига в печи. Повышение степени ближнего порядка приводит снижению ваттных потерь на перемагничивание железокремнистых электротехнических сталей, но, в то же время, снижает их пластичность [118].

Факт радиационно-динамического вклада в изменение структуры и свойств сплава Fe - 15 ат.% Cr при воздействии ускоренных ионов Ar^+ и Fe^+ доказан в работах [45, 46]. Исследовались фольги толщиной 30 мкм после операций закалки от 1200 °С и холодной пластической деформации. Осуществлялось сравнение эффектов воздействия электромагнитного (видимого света) и ионного облучения на состояние сплава Fe - 15 ат.% Cr [45, 46]. Установлено, что облучение пучком света той же плотности мощности, что и ионный пучок ($1 - 2 \text{ Вт/см}^2$) полностью воспроизводит условия нагрева сплава под воздействием ионного пучка. Стационарная температура нагрева как при облучении ионами, так и при облучении пучком света составляла 450 °С. Последнее гарантирует одинаковую скорость термостимулированных процессов.

Показано, что при облучении ионами Ar^+ ($E = 20 \text{ кэВ}$, $j = 50-100 \text{ мкА/см}^2$, непрерывный пучок ионов), а также ионами Fe^+ ($E = 40 \text{ кэВ}$, $j = 25-50 \text{ мкА/см}^2$, сканирующий ионный пучок) возникает ближнее расслоение исходно разупорядоченного закалкой сплава Fe - 15 ат.% Cr на зоны, обогащенные и обедненные хромом. Соответствующие значения параметра ближнего атомного порядка (свидетельствующие о расслоении сплава на зоны, обогащенного и обедненного хромом) после облучения ионами Ar^+ и Fe^+ следующие: $\alpha = 0,12 \pm 0,02$ и $0,07 \pm 0,02$. При облучении же пучком света степень ближнего порядка остается в пределах погрешности равной нулю, как и в закаленном сплаве.

При облучении закаленных фольг $\sim 25 \text{ мкм}$ сплава Fe - 8,25 % Mn ионами Ar^+ ($E = 20 \text{ кэВ}$, $j = 75 \text{ мкА/см}^2$) при $T = 480 \text{ °С}$ в течение 20 с [47, 48] зарегистрировано протекание $\alpha \rightarrow \gamma$ (ОЦК \rightarrow ГЦК) фазового превращения с образованием $\sim 8 \%$ γ -фазы по всей толщине образца. Образцы же, нагретые под воздействием пучка света и выдержанные при той же температуре 480 °С значительно большее время (в течение 10 мин) остаются однофазными. В отмеченных работах показана высокая скорость протекания радиационно-динамических процессов (воздействие свыше 20 с уже не приводит к дальнейшему увеличению количества γ -фазы, также как и степени ближнего порядка).

Малые флюенсы облучения, применявшиеся в ходе исследования радиационно-динамических эффектов ($< 10^{15} \text{ см}^{-2}$) [18, 40-48], а также низкие температуры мишеней позволяют с уверенностью исключить из числа причин наблюдаемых процессов радиационно-стимулированную диффузию, изменение химического состава и статические напряжения в поверхностном слое, накапливаемые в результате внедрения примесей.

Для нестабильных сред ускоренные ионы являются своеобразным "спусковым механизмом", инициирующим взрывные структурно-фазовые превращения.

Модификация резистивных свойства сплавов. На рис. 1.12 – 1.14 представлены результаты исследования воздействия ионных пучков на *резистивные* свойства сплавов систем Fe-Ni [114] (рис. 1.12), Fe-Pd-Au [24, 114] (рис. 1.13) и Pd-Cu [119, 120] (рис. 1.14), в сравнении с результатами использования обычной термической обработки.

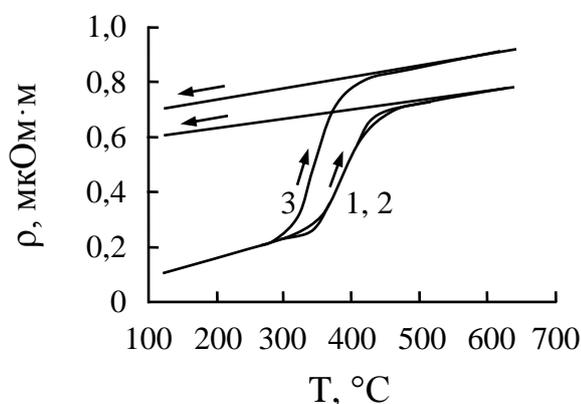


Рис. 1.12. Снижение температуры фазового перехода, изменение ρ и ТКС для сплава $\text{Fe}_{69}\text{Ni}_{31}$ (кривая 3) при облучении ионами аргона Ar^+ ($E = 20$ кэВ, $j = 80$ мкА/см²), в сравнении с обычным нагревом (кривые 1,2) [114].

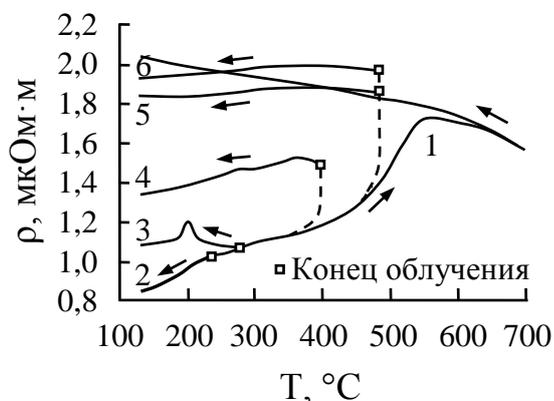


Рис. 1.13. Электросопротивление разупорядоченного закалкой сплава FePd_2Au при нагреве и охлаждении (кривая 1), а также при облучении (кривые 2-6) пучками ионов Ar^+ ($E = 20$ кэВ, $j = 80$ -100 мкА/см²), для задания различных температур облучения варьировалась плотность ионного тока и использовался нагреватель [24, 114].

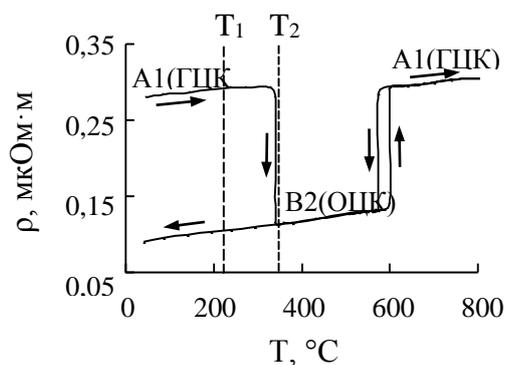


Рис. 1.14. Значение температуры фазового перехода $A1 \rightarrow B2$ в разупорядоченном сплаве $Pd_{45}Cu_{55}$ при обычном нагреве (T_2) и в ходе облучения ионами Ar^+ (T_1) ($\Delta T = T_2 - T_1 = 135 \text{ }^\circ\text{C}$) [120].

Общим для сплавов всех трех рассмотренных систем является то, что в силу наличия радиационно-динамической составляющей воздействия⁸ температурный порог перехода (из метастабильного состояния в стабильное, см. пояснения к рис. 1.12 – 1.14) существенно понижается по сравнению с соответствующим порогом термостимулированного перехода. Соответствующее снижение температуры составляет в рассмотренных случаях случае от 50 до 165 К, в зависимости от сплава и условий облучения.

Для высокоомного сплава $FePd_2Au$ при этом удается обеспечить практически нулевое значение температурного коэффициента электросопротивления (ТКС) (рис. 1.13) благодаря формированию особого типа дальнего атомного порядка в объеме материала в условиях облучения [6, 18, 24].

Как отмечается в работах [6, 106], резкое увеличение низкотемпературной подвижности атомов в объеме разупорядоченных сплавов $FePd_2Au$ и $Pd_{45}Cu_{55}$ (во всем объеме образцов толщиной 100 мкм) в процессе их *поверхностного*⁹ облучения ионами Ar^+ и Cu^+ (рис. 1.13, 1.14) и, соответственно, уменьшение пороговой температуры их *упорядочения* может быть связано аномальным массопереносом при прохождении большого числа уединенных ударных волн. Такой массоперенос может являться альтернативой диффузионному массопереносу (см. также [18]). Факт формирования дальнего атомного порядка в объеме сплавов $FePd_2Au$ и $Pd_{45}Cu_{55}$ при *аномально низких* температурах под воздействием ионного облучения подтвержден подробными рентгеноструктурными исследованиями [18, 119, 120].

⁸ В работах [47, 48] выделение вклада радиационно-динамического воздействия осуществлялось путем замещения части плотности мощности ионного пучка (от 0 до 100%) световым излучением.

⁹ Пробеги тяжелых ускоренных ионов с энергиями 10-100 кэВ в твердых телах не превышают 1 мкм.

Изменение электросопротивления и ТКС в железо-никелевом сплаве Fe₆₉Ni₃₁ [114] (рис. 1.12) также может быть обусловлено перераспределением атомов в твердом растворе, а именно, формированием в нем *ближнего* атомного *порядка* при аномально низких температурах.

Зависимость степени завершенности инициируемых корпускулярным облучением фазовых превращений от флюенса может быть обусловлена эффектами фокусировки энергии колебаний решетки [109]. Последнее может приводить к трансформации исходно сферической послекаскадной волны во фрагменты плоских волн (рис. 1.6, 1.7). Другой причиной такого рода фактов может быть то, что каждая отдельная послекаскадная волна обуславливает лишь частичное увеличение степени превращения [18, 114].

Изменение магнитных свойств сплавов. Многочисленными исследованиями установлено существенное влияние радиационной обработки на магнитные свойства модельного сплава Fe₆₉Ni₃₁ [23, 41, 42], а также на *атомную* [40], *магнитную* [20, 121, 122] структуру и электротехнические свойства пермаллоя, трансформаторных сталей, аморфных и нанокристаллических магнитомягких материалов (файнметов).

Влияние сопутствующего нагрева этих материалов мощными пучками ионов исключалось за счет использования импульсно-периодического (с низкой частотой), а также прерывистого облучения.

Авторами работ [23, 42, 44] установлено существенное влияние облучения ускоренными ионами N⁺ и Ar⁺ в непрерывном и импульсно-периодическом режиме (различное для разных режимов облучения) на *магнитную сверхтонкую структуру* мессбауэровских спектров сплава Fe₆₉Ni₃₁, что связывается с инициируемыми облучением процессами перераспределения атомов в твердом растворе и формированием *ближнего* атомного *порядка* в объеме фольг толщиной 30 мкм при ионном облучении. Температура фольг не превышала 200°С. Подобное изменение магнитных сверхтонких полей на ядрах атомов в этом сплаве наблюдалось ранее лишь при наложении сверхвысоких давлений. Обычный нагрев до 200°С не изменяет вида спектра.

В работе [19] наблюдали обратный фазовый $\alpha \rightarrow \gamma$ -переход при облучении ионами Ar⁺ во всем объеме образцов сплава Fe₆₉Ni₃₁ толщиной 400 мкм в тех случаях, когда на поверхность облучаемых образцов *предварительно напыляли* слои Cu или Pt толщиной 0,5 - 1 мкм, многократно превышающей длину пробега ионов.

В работе [20] на основе учета *повреждающего* (образование дефектов в поверхностном слое толщиной несколько десятков нм) и *радиационно-динамического* воздействия ускоренных ионов, были оптимизированы режимы облучения анизотропной трансформаторной стали 3424 (состава: Fe-3 мас.%Si). Целью исследования являлось

формирование в этой стали особой *атомной* [40], *дефектной* и *магнитной доменной* структуры [121, 122], существенно более мелкой по сравнению с исходной (рис. 1.15). В итоге радиационная обработка позволила обеспечить снижение потерь на перемагничивание в интервале рабочих частот 400-5000 Гц при индукции 1.5 Тл от 6 до 20%. Толщина приповерхностной зоны с измененной магнитной доменной структурой достигает 5-10 мкм, что на несколько порядков величины превышает проективные пробеги ускоренных ионов Ag^+ в этой стали.

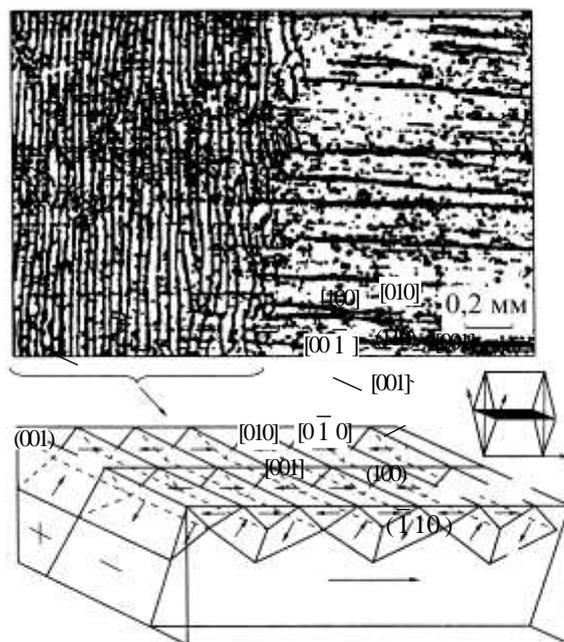


Рис. 1.15. Магнитная доменная структура и схема замыкания доменов в кристалле кремнистого железа Fe – 3% Si после облучения ионами Ag^+ [20] (правая часть поверхности в ходе облучения была закрыта маской, стрелки показывают направления намагниченности в доменах).

Улучшение электротехнических свойств анизотропных сталей в результате ионного облучения является результатом сложного сочетания различных причин [20], таких как повышение совершенства атомной структуры сплава вследствие более полного упорядочения при радиационном отжиге, формирование специфической, многослойной магнитной доменной структуры, состоящей из узких доменов (рис. 1.15) перпендикулярных оси легкого намагничивания [001], и некоторых других.

Детальное исследование [20, 121] влияния режимов радиационной обработки на электротехнические свойства аморфных лент из сплава $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ пучками ускоренных ионов Ag^+ после их стандартной финишной обработки (отжига при 530 °С, в

течение 0,5 ч, обеспечивающего нанокристаллическую структуру и наилучшие свойства лент) позволило за счет получения более совершенной структуры дополнительно снизить потери на перемагничивание на частотах от 50 до 10000 Гц в среднем на 10%.

Получен патент на способ комбинированной ионно-лучевой и термомагнитной обработки пермаллоя (Fe-70%Ni) и трансформаторной стали (Fe-3%Si) [123]. Радиационно-динамическое воздействие пучка ускоренных ионов (перед термомагнитной обработкой) приводит к глубокому рафинированию структуры этих материалов по примесям и дефектам [121] и, как следствие, к улучшению их электротехнических свойств. Снижение коэрцитивной силы в сравнении с чисто термомагнитной обработкой для пермаллоя составляет 27%. Дополнительное снижение потерь на перемагничивание за счет комбинированной обработки для трансформаторной стали - порядка 15%.

1.4. Ретроспективный обзор данных по влиянию ионного облучения на структуру и свойства алюминия и его сплавов

Модификация структуры и свойств чистого алюминия ускоренными ионами средних энергий (20-200 кэВ). Существенная доля исследований, посвященных влиянию ускоренных ионов на структурное состояние и свойства чистого алюминия, сопряжена с имплантацией нерастворимых в нем элементов, таких, как *кислород* [124-127], *азот* [128-132] и *углерод* [133-137]. Эти исследования представляют не только научный, но и прикладной интерес. Последнее связано с тем, что фазы внедрения на основе алюминия характеризуются высокой механической прочностью, повышенной твердостью износостойкостью и коррозионной стойкостью, кроме того, они, как правило, являются тугоплавкими.

Увеличение *микротвердости* поверхностных слоев *магнийсодержащих алюминиевых сплавов* в 2-3 раза при внедрении в них ионов *кислорода* (30 кэВ), наблюдалось авторами работы [124], что объясняется формированием мелких оксидных выделений MgO на глубине до 0,5 мкм. В этой работе обнаружено также увеличение модулей упругости подвергнутых ионному облучению образцов (в 6 раз для сплава Al-6061 и в 4,5 и 3 раза для сплавов Al-7075 и Al-2024).

В работе [125] установлено, что имплантация в чистый (99,999%) алюминий ионов кислорода (25 до 200 кэВ) с последующими отжигами (450-550 °С, 30 мин.) приводит к существенному упрочнению поверхности до 1600 МПа. Исследования методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и резерфордовского обратного

рассеяния (РОР) показали, что в *имплантированной зоне происходит* выделение частиц γ - Al_2O_3 размером до 5 нм, однородно распределенных в объеме металла.

Авторами работы [128] установлено, что плазменно-иммерсионная ионная имплантация, при температурах до 500 °С, приводит к увеличению коррозионной стойкости и износостойкости алюминия. Это обусловлено образованием на поверхности алюминия тонкого (толщиной несколько нм) *нитридного* слоя с повышенным содержанием кислорода.

В работе [129] выполнено исследование воздействия имплантируемых ионов *азота* с энергией 40 кэВ в диапазоне флюенсов $6 \cdot 10^{16}$ - $3,6 \cdot 10^{17}$ см⁻² на структуру и микротвердость приповерхностных слоев Al (толщиной ~ 450 нм). Методами ПЭМ и дифракции высокоэнергетических электронов (ДВЭ), а также на основе анализа экспериментальных дозовых зависимостей микротвердости показано, что подвергнутая ионному облучению поверхность алюминия состоит из двух слоев, заметно отличающихся структурой и прочностными характеристиками. Тонкий приповерхностный слой демонстрирует высокую концентрацию радиационных дефектов (обнаруживается его вакансионное распухание). Во втором более глубоком слое формируется композиционный материал – кермет, представляющий собой компонент из частиц AlN, связанных между собой прослойками алюминия.

Образование фазы AlN в Al (при внедрении *ионов N⁺* с энергией 100 кэВ в чистый алюминий в интервале флюенсов $(1 \div 20) \cdot 10^{17}$ см⁻² и диапазоне температур 25-300 °С) было изучено также в работе [130]. Установлено, что фаза AlN образуется в приповерхностных слоях алюминия при температурах имплантации > 200 °С.

В работах [131, 132] также показано, что имплантация ионов азота с энергией 50 кэВ в алюминиевые сплавы AA7075, Al-1050, Al-2024 приводит к формированию упрочняющего слоя, содержащего фазу AlN, что значительно увеличивает твердость и износостойкость указанных сплавов.

Структурно-фазовое состояние приповерхностного слоя чистого алюминия марки А95, сформировавшегося в результате имплантации в него ионов *углерода C⁺* с энергией 20 кэВ в диапазоне флюенса $(0,4 \div 4) \cdot 10^{17}$ см⁻², изучено в работе [133]. Имплантация осуществлялась при плотности ионного тока < 3 мкА/см² и температуре образцов < 340 К. Методом ПЭМ показано, что имплантация ионов C⁺ в алюминий при флюенсе $2 \cdot 10^{17}$ см⁻² вызывает формирование выделений Al₄C₃ *в зоне пробега* ионов.

В работах [134, 135] установлено, что при имплантации углерода в алюминий при определенных режимах улучшаются его механические и трибологические свойства. Это связано с образованием фазы Al₄C₃. Показано, что более высокая поверхностная твердость

получена при комнатной температуре (≈ 10 ГПа). С увеличением температуры и флюенса облучения твердость уменьшается до 7 ГПа, что связано ростом размеров частиц Al_4C_3 до ~ 40 нм (по сравнению с комнатной температурой ~ 4 нм).

Материалы с уникальными свойствами удается получить в результате последовательной имплантации в чистый алюминий ионов углерода и азота средних энергий [136, 137]. В ходе ионного облучения осуществляется синтез тройных соединений на основе материала мишени с ковалентными или частично ковалентными связями. Это определяет высокие прочностные, оптические и диэлектрические свойства модифицируемых материалов.

Исследованиями [137] была выявлена тенденция улучшения *трибологических свойств* алюминия в результате имплантации ионов C^+ и N^+ . С увеличением энергии ионов и флюенса увеличивается микротвердость приповерхностных слоев алюминия. Начальный коэффициент трения, а также ширина трека износа уменьшаются. Возрастает износостойкость. Повышение *микротвердости и износостойкости* авторы работы [137] объясняют процессом образования упрочняющих фаз: мелкокристаллических включений карбида и нитрида алюминия (при флюенсах $5,0 \cdot 10^{17} \text{ C}^+/\text{см}^2 + 3,3 \cdot 10^{17} \text{ N}^+/\text{см}^2$) либо непрерывного слоя Al-N-C со структурой нитрида алюминия (при флюенсах $5,0 \cdot 10^{17} \text{ C}^+/\text{см}^2 + 6,5 \cdot 10^{17} \text{ N}^+/\text{см}^2$).

В ряде работ обнаруживается факт формирования в приповерхностном слое поликристаллического алюминия *наноразмерных включений*. Так в работе [138] в результате внедрения в алюминий ионов бора с энергией 30 кэВ в интервале флюенса $6 \cdot 10^{16} - 4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (плотность ионного тока $\sim 10 \text{ мкА}/\text{см}^2$) обнаружено *увеличение микротвердости* более чем в 2 раза и зарегистрирован факт обнаружен десятикратного увеличения *износостойкости*. Последнее объясняется синтезом диспергированных в алюминиевой матрице наночастиц борида алюминия $\alpha\text{-AlB}_{12}$.

Авторами работы [139] в результате последовательной имплантации ионов Pb^+ и Cd^+ в алюминий при 452 и 475 К в поверхностном слое толщиной порядка ≤ 1 мкм сформирована микроструктура с высокой степенью однородности распределения *наноразмерных (1 - 20 нм) включений (Pb, Cd)*.

Следует отметить, что попытки авторов вышеупомянутых работ объяснить улучшение свойств, в том числе износостойкости, изменением структуры и фазового состава тонких поверхностных слоев толщиной сопоставимой с величиной пробега ионов, являются *неубедительными*. Действительно, при определении износостойкости

тестируются слои, *толщина которых в 10^3 - 10^4 раз превышает проективные пробеги ионов использованных энергий.*

Для объяснения наблюдаемых изменений свойств, с учетом гигантских масштабов дальнего действия, скорее всего, могут быть привлечены либо эффекты, связанные с *генерацией дислокаций* в процессе облучения и их перемещением на глубину до нескольких десятков микрометров, либо *радиационно-динамические* эффекты, роль которых в существенной степени определяется изначальным состоянием материала (холодно-, горячедеформированное, отожженное). Возможно также совместное действие этих двух механизмов.

Модификация структуры и свойств алюминия и его сплавов *мощными импульсными* и *высокоэнергетическими* пучками ионов. В ряде работ [140], для модификации свойств алюминия и его сплавов использованы мощные ионные пучки (МИП)¹⁰, что позволило несколько увеличить протяженность слоев модифицируемых при воздействии пучков ионов. В работе [140] показано, что при воздействии одиночных импульсов протон-углеродного пучка 70% C⁺ + 30% H⁺ (с энергией E = 300 кэВ длительностью $\tau_0 = 50$ нс при плотности тока пучка $j \leq 150$ А/см²) на отожженные образцы сплава Д16АТ системы Al-Cu-Mg происходит увеличение микротвердости приповерхностного слоя этих образцов толщиной ~ 12 мкм.

Накоплен значительный экспериментальный материал, относящийся к модификации свойств промышленных марок алюминиевых сплавов с применением высокоэнергетической ионной имплантации (ВЭИИ, E ≥ 10 МэВ) [141-145]. Как уже выше отмечалось, использование высокоэнергетической ионной имплантации обеспечивает увеличение глубины модифицируемого слоя до нескольких десятков микрон. Заметно улучшаются прочностные, трибологические и коррозионные свойства приповерхностных слоев материалов [142]. Однако, как уже отмечалось, применение ВЭИИ для решения большинства задач технически сложно и экономически неоправданно. Тем не менее, эти данные о воздействии ВЭИИ на структуру и свойства материалов необходимы для

¹⁰ Имеются в виду мощные импульсные ионные пучки с длительностью импульса $\tau < 10^{-7}$ с при мощности в импульсе до 10⁷ Вт/см². Физика воздействия таких пучков существенно отличается от обычной имплантации с использованием непрерывных пучков ионов. Основное отличие заключается в быстром разогреве (за время импульса) тонкого поверхностного слоя (порядка проективного пробега ионов) вплоть до его полного испарения (в этом случае собственно эффект имплантации, т.е. ионного легирования, отсутствует). В то же время, при быстром разогреве поверхностного слоя и его испарения формируется мощная термоупругая волна, которая может оказывать сильное воздействие на структуру и свойства материалов. В силу сказанного мощные ионные пучки могут быть отнесены к концентрированным потокам энергии, при этом нет принципиального различия между потоками ионов, электронов и лазерного излучения.

сопоставления с другими развиваемыми методами ионно-лучевой модификации материалов, в частности, с методами, предложенными в пятой главе данной работы.

Высокоэнергетическая ионная имплантация характеризуется высоким энерговыделением в электронную подсистему, вследствие чего *в полупроводниках и диэлектриках* происходит «мгновенный» разогрев микроскопических объемов облучаемых материалов вблизи треков высокоэнергетических ионов, вплоть до $T > T_{\text{плавл}}$, сопровождающийся последующей сверхбыстрой закалкой, что приводит к образованию дефектов, протеканию фазовых превращений и других процессов [143, 144]. В *низкодефектных металлах* энергия, выделяемая в электронную подсистему, *уносится электронами из области трека* вследствие большой длины свободного пробега электронов, что исключает интенсивный разогрев материала. Только *в металлах с высоким количеством дефектов* и, вследствие этого, малой длиной свободного пробега электронов происходит разогрев области трека [6].

Структурно-фазовые превращения и соответствующие изменения прочностных характеристик дисперсионно-твердеющих сплавов Д16 и АК4 на основе алюминия, а также термически неупрочняемого сплава АМг2 в результате внедрения невысоким флюенсом (10^{15} и $2,5 \cdot 10^{15}$ см⁻²) ионов неона с энергией 26,7 МэВ при температурах, незначительно превышающих комнатную, изучались в работе [142]. Показано, что *на начальных стадиях* облучения *микротвердость* вышеуказанных сплавов снижается вследствие формирования блочной структуры (Д16, АМг2) и *рекристаллизационных* процессов (АК4-1), инициированных облучением. С *повышением флюенса* облучения имеет место *упрочнение* сплавов, обусловленное мелкодисперсными выделениями θ - и σ -фаз (Д16, АК4-1) и увеличением *угла разориентировки* кристаллических блоков (АМг2). Как отмечалось выше, в работах [141-145] сообщается об изменении структуры материалов на глубине порядка *нескольких десятков* микрометров, что сопоставимо с *величиной пробега* ионов.

Авторами работы [141] установлено, что при воздействии на сплав АМц системы Al-Mn ионов неона с энергией 26,7 МэВ флюенсом 10^{15} и $2,5 \cdot 10^{15}$ см⁻² ($T = 330$ К) в нем происходит *увеличение угла разориентировки* субзерен вплоть до образования мелкозернистой структуры в результате действия возникающих в поверхностных слоях напряжений, вызывающих скольжение дислокаций. *Размеры и количество* включений второй фазы Al₆Mn в ходе облучения остаются неизменными.

В работе [143] показано, что характер изменения свойств дисперсионно-твердеющего сплава системы Al-Cu-Mg (Д16) под воздействием ускоренных ионов криптона с энергией 245 МэВ в значительной степени определяется исходным

структурно-фазовым состоянием сплава (закаленное, искусственно или естественно состаренное).

В работах [144, 145] выполнено исследование воздействия малым флюенсом ($\sim 10^{14}$ см⁻²) ионов криптона ($E = 245$ МэВ) при комнатной температуре на величину микротвердости дисперсионно твердеющих сплавов Д16 и А1 - 4 мас.% Cu в различном структурно-фазовом состоянии.

Установлено, что микротвердость сплава Д16, в структуре которого содержатся зоны ГП, после облучения изменяется *немонотонно*. После облучения флюенсом $5 \cdot 10^{12}$ см⁻² значение микротвердости уменьшается, что обусловлено стимулированными ионной бомбардировкой процессами *растворения* зон ГП вследствие замещающих столкновений. Последующее повышение микротвердости при флюенсе $3 \cdot 10^{14}$ см⁻² связано с радиационно-стимулированными процессами старения, обуславливающими к *образованию новых* зон ГП (или *высокодисперсных* включений промежуточных фаз). Микротвердость этого сплава, в структуре которого присутствуют выделения упрочняющих фаз, в ходе облучения монотонно увеличивается, что связано с частичным растворением исходных включений, а также с увеличением их дисперсности, что приводит к росту микронапряжений в кристаллической решетке сплава.

Подобные результаты получены в результате исследования модельного сплава А1 - 4 мас.% Cu [145]. В результате облучения микротвердость искусственно состаренного сплава А1 - 4 мас.% Cu, в структуре которого присутствуют крупные включения θ -фазы размером ~ 4 мкм монотонно увеличивается. Это может быть объяснено тем, что в ходе облучения имеет место частичное радиационно-стимулированное растворение включений θ -фазы в каскадах атомных смещений. Пересыщение вследствие этого твердого раствора атомами меди способствует протеканию процессов старения, приводящих к образованию мелкодисперсных упрочняющих фаз.

Следует отметить, что наблюдаемые в [141-143] структурно-фазовые превращения наблюдаются на глубине, соизмеримой с длиной проективного пробега высокоэнергетических ионов (~ 12 мкм).

Увеличение твердости сплавов Al-Cu-Mg и Al-Mg-Si при их облучении различными ионами (Al^+ с $E = 5,4$ МэВ, Fe^+ с $E = 7,3$ МэВ, I^+ с $E = 10$ МэВ, Au^+ с $E = 16$ МэВ) и различными флюенсами при комнатной температуре наблюдали в работах [146, 147]. Полученные значения твердости и микроструктура сплавов сравнимы с результатами, полученными при длительном термическом старении. Так, например, при облучении ионами I^+ с $E = 10$ МэВ в течение 3,5 часов результаты сопоставимы с полученными после 4 дней старения при $T = 423$ К [146].

Трансформацию структуры и свойств сплавов на основе алюминия в результате высокоэнергетического облучения авторы работ [141-145] объясняют электронным торможением высокоэнергетических ионов, которое обуславливает основной вклад в генерацию радиационных дефектов, повышенная концентрация которых активирует диффузионные процессы переползания дислокаций и выделения упрочняющих фаз.

1.5. Ионно-лучевая модификация свойств промышленных алюминиевых сплавов с использованием динамических эффектов дальнего действия

В течение последних лет автором данной работы совместно с коллегами исследовались закономерности воздействия ускоренных ионов Ag^+ с энергией 20-40 кэВ на структуру и свойства ряда промышленных сплавов алюминия на основе систем: Al-Mg, Al-Li-Cu-Mg [9, 10, 116]. Ниже рассмотрены основные результаты этих исследований, явившихся основой для постановки цели и задач настоящей работы, в связи с необходимостью дальнейшего анализа *природы* наблюдаемых *явлений* и их практического использования для улучшения свойств алюминиевых сплавов нового поколения, предназначенных для использования в аэрокосмической и атомной технике.

Наиболее общая формулировка фундаментального результата проведенных исследований заключается в том, что воздействие *ускоренных ионов* представляет собой альтернативу *печному отжигу*. Как известно, на протяжении всей истории получения и обработки металлов и сплавов такой альтернативы не существовало. Явление *радиационного отжига* обусловлено радиационно-динамическим воздействием корпускулярного излучения, описанным в разделах 1.3 и 1.4.

Следует, тем не менее, отметить, что радиационный отжиг не является полным аналогом печного отжига. Это дает возможность в ряде случаев *повысить механические и ресурсные* характеристики алюминиевых сплавов, а также усовершенствовать технологии их производства, в частности, увеличить выход годного металла (составляющего для некоторых трудно деформируемых сплавов специального назначения всего лишь 20-30%).

Показано, что радиационный отжиг в алюминиевых [9, 10, 104, 116] и некоторых других [18, 40-46, 114, 119, 120] сплавах протекает при значительно *более низких* температурах (в случае алюминиевых сплавов – снижение до 200 К), за *более короткое* время и при *существенно меньших* затратах энергии по сравнению с термическим отжигом.

Среди неизвестных ранее фактов и закономерностей следует отметить также аномально *большую глубину* воздействия пучков ускоренных ионов (*не менее 3 мм* для

алюминиевых сплавов) при одностороннем облучении. Это подтверждается металлографическими и электронно-микроскопическими исследованиями поперечного сечения листа. Отметим, что проективные пробеги ионов в алюминиевых сплавах, как следует из оценок для чистого алюминия, при энергиях ионов Ar^+ 20-40 кэВ не превышают 50-100 нм. Эффекты модификации *миллиметровых* по протяженности слоев металлических сплавов другими авторами ранее не наблюдались.

Рассмотрим некоторые конкретные данные. Некоторые из них получены с участием автора настоящей работы.

В нагартованном состоянии исследованные алюминиевые сплавы систем Al-Mg [10, 116] и Al-Li-Cu-Mg-Zr [9] имеют развитую дислокационную ячеистую структуру.

В ходе радиационного отжига во всем объеме сплавов (в виде листов толщиной 3 мм) наблюдались следующие процессы: *полигонизация с образованием субзерен* (при флюенсах 10^{15} - 10^{16} см⁻², соответствующее время облучения \sim 1-10 с), *растворение* (10^{15} см⁻²) и *образование* (10^{16} - 10^{17} см⁻²) новых фаз¹¹, *рекристаллизация* и *рост зерна* ($5 \cdot 10^{16}$ - $3 \cdot 10^{17}$ см⁻²) [6]. Кроме того, с увеличением флюенса облучения происходит постепенное *снятие* кристаллографической *текстуры прокатки* [148] Этот процесс в целом аналогичен печному отжигу, но имеет и свои особенности [9]. Быстрый процесс полигонизации с образованием субзерен связывается со взрывной перестройкой дислокационной структуры при облучении [9]. Практические результаты исследования иллюстрирует рис. 1.16.

Отличие радиационного отжига от термического состоит в том, что в ходе него происходит растворение (при флюенсах порядка 10^{15} см⁻²) грубых интерметаллидов кристаллизационного происхождения и образование (при флюенсах 10^{16} - 10^{17} см⁻²) новых фаз. Это позволяет, варьируя флюенс и другие параметры облучения, целенаправленно воздействовать на свойства алюминиевых сплавов.

¹¹ При печном отжиге интерметаллидный состав алюминиевых сплавов не изменяется.

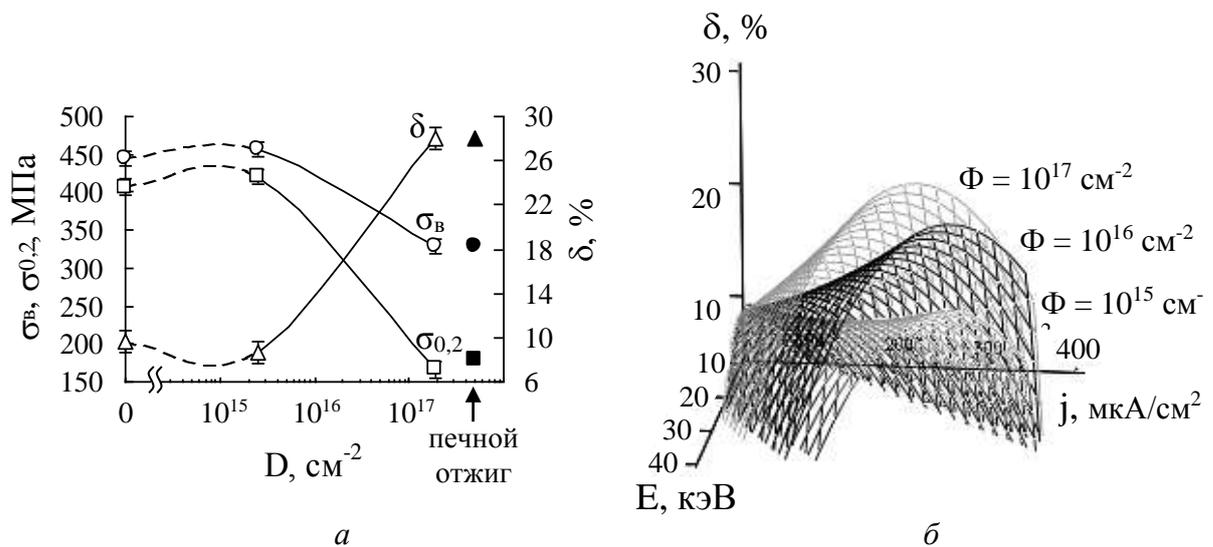


Рис.1.16. Результаты радиационного и печного отжига промышленного сплава АМг6 (а) и влияние различных режимов радиационного отжига на пластичность сплава АМг6 (б) [6].

Так, в работе [149] показано, что облучение ускоренными ионами Ar^+ приводит к улучшению структуры горячедеформированного сплава 1960 системы Al-Zn-Mg-Cu : формированию более *совершенной* и *равномерной* субзеренной структуры по сравнению со структурой, наблюдаемой в исходном состоянии. При определенных параметрах облучения происходит также растворение образовавшихся при кристаллизации грубых интерметаллидов $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ и $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ и прослоек избыточных фаз по границам зерен. В результате удается существенно *повысить пластичность* сплава при *сохранении* высоких *прочностных* характеристик.

С использованием методов регрессионного анализа получены многомерные зависимости предела прочности $\sigma_{\text{в}}$, предела текучести $\sigma_{0,2}$ и относительного удлинения δ от параметров облучения (энергии E , плотности ионного тока j и флюенс облучения Φ), рис. 1.16 б.

Таким образом, рекордная глубина воздействия пучков ускоренных ионов на материалы может быть достигнута на основе использования «*радиационно-динамических*» эффектов [18, 19].

Следует подчеркнуть преимущества алюминий-литиевых сплавов, таких как 1420, 1424, 1441 и др., определяющие, в целом, благоприятные перспективы их использования в аэрокосмической технике. Так, сплав 1424 имеет пониженную плотность ($2,54 \text{ г/см}^3$), повышенные характеристиками вязкости разрушения и трещиностойкости. Однако, серьезной проблемой является то, что холоднодеформированный сплав 1424 не

восстанавливает свою пластичность в результате термического отжига до уровня, необходимого для его дальнейшей прокатки. Для восстановления пластичности этого сплава используют сложные технологические операции, включающие закалку в селитровой ванне карточным методом, в силу невозможности рулонного отжига в печи.

В связи с этим является, несомненно, актуальным дальнейшее детальное изучение особенностей воздействия ускоренных ионов средних энергий (10-100 кэВ) на алюминиевые сплавы. Различие структурных изменений, особенно на конечных стадиях термического и радиационного отжига, открывает дополнительные возможности управления структурой и свойствами алюминиевых сплавов.

На основе выполненного анализа литературных данных, относящихся к особенностям воздействия ускоренных ионов на конденсированные среды, в том числе, известных данных по воздействию на алюминиевые сплавы, были сформулирована цель и поставлены задачи исследования.

Целью диссертационной работы являлось:

1) экспериментальное определение интенсивности энерговыделения в области плотных каскадов атомных смещений в чистых металлах W, Zr, Fe, Al и сплаве 1424 в зависимости от режимов облучения ионами Ar^+ ;

2) использование эффектов взрывного энерговыделения при ионной бомбардировке для разработки основ технологии восстановления пластичности сплавов ВД1 и Д16 системы Al-Cu-Mg, а также трудно поддающегося термическому отжигу сплава 1424 системы Al-Mg-Li-Zn.

В соответствии с целью исследования были поставлены следующие конкретные **задачи:**

1. На основе исследования спектрального состава свечения чистых металлов и сплава 1424 в ходе ионного облучения определить параметры энерговыделения в плотных каскадах атомных смещений в зависимости от режимов облучения.

2. Исследовать воздействие пучков ускоренных ионов Ar^+ на структуру, фазовый состав и механические свойства холоднодеформированных сплавов ВД1, Д16 и 1424 при вариации режимов облучения (плотности ионного тока, температуры и флюенса).

3. Подобрать оптимальные режимы ионного облучения, обеспечивающие восстановление пластичности холоднодеформированных сплавов ВД1, Д16 и 1424.

4. Осуществить прокатку холоднодеформированных полос сплава 1424 от исходной толщины 7,3 до 1 мм с использованием радиационного отжига пучками

ускоренных ионов аргона, взамен трудоемкой по листной обработки полос в селитровой ванне, аналогичной операции закали.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Исследованные материалы

Материалами для исследования служили чистые металлы: вольфрам (99.96 W), цирконий (99.98 Zr), железо (99.99 Fe), алюминий (99.5 Al) и промышленные алюминиевые сплавы ВД1 и Д16 системы Al-Cu-Mg, а также сплав 1424 системы Al-Mg-Li-Zn (см. табл. 2.1). Для четырех металлов и сплава 1424 на основе измерения функций спектральной плотности энергетической светимости в ходе бомбардировки ионами Ag^+ (5-30 кэВ) были *определены* параметры энерговыделения и *температуры* в области термализованных каскадов атомных смещений (термических пиков - thermal spikes). Кроме того, *исследовалось* воздействие пучков ускоренных ионов Ag^+ с энергией 20-50 кэВ на *структуру и свойства* сплавов ВД1, Д16 и 1424 при вариации плотности ионного тока, флюенса и температуры мишеней.

Сплавы ВД1 и Д16 относятся к деформируемым упрочняемым термообработкой сплавам системы Al-Cu-Mg с добавками Mn (дуралюмины). Основными легирующими примесями дисперсионно-твердеющих сплавов этой системы являются медь и магний, которые наиболее эффективно участвуют в процессах старения, образуя вторичные θ - и σ -фазы ($CuAl_2$ и $CuMgAl_2$, соответственно) [150]. Сплав ВД1 – низколегированный сплав из класса дюралюминов. Сплав Д16, классический дюралюмин, отличающийся высокой прочностью в сочетании с высокой пластичностью. Он широко используется в качестве конструкционного материала в различных областях современной техники, в том числе, в самолетостроении.

Сплав 1424 системы Al-Mg-Li-Zn, разработанный ФГПУП «ВИАМ» (г. Москва), является перспективным сплавом третьего поколения для аэрокосмической техники. Он характеризуется пониженным содержанием лития и дополнительно легирован цинком. Сплав имеет пониженную плотность (2,54 г/см³), повышенные характеристики вязкости разрушения и трещиностойкости по сравнению с ранее разработанным сплавом 1420 и является альтернативой сплаву 1163-Т. Он характеризуется также повышенной удельной прочностью.

Все вышеуказанные сплавы были изготовлены на Каменск-Уральском металлургическом заводе (ОАО «КУМЗ»). Химический состав сплавов ВД1, Д16 и 1424 исследованных плавок приведен в табл. 2.1.

Таблица 2.1. Химический состав сплавов ВД1, Д16 и 1424

Содержание компонентов, масс %										
Al	Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Zr	Sc	Cu	Ti	Li
Сплав ВД1										
основа	0,91	0,3	0,38	0,88	0,51	-	-	2,33	0,08	-
Сплав Д16										
основа	0,5	0,5	1,8	0,1	0,3	4,9	-	4,9	0,1	-
Сплав 1424										
основа	0,05	0,09	0,17	4,9	0,6	0,08	0,07	-	-	1,65

Сплав ВД1. Облучению подвергались стандартные образцы (ГОСТ 1497-84) [151] для испытаний на одноосное растяжение (рис. 2.1 а), вырезанные из *плакированных* холоднодеформированных листов толщиной 2 мм (степень деформации $\varepsilon = 60\%$), изготовленных на ОАО «КУМЗ». Плакировка выполнена с обеих сторон листа слоями технически чистого алюминия (2-4% от толщины листа). Разрывные образцы подвергались ионному облучению (по всей поверхности с одной стороны).

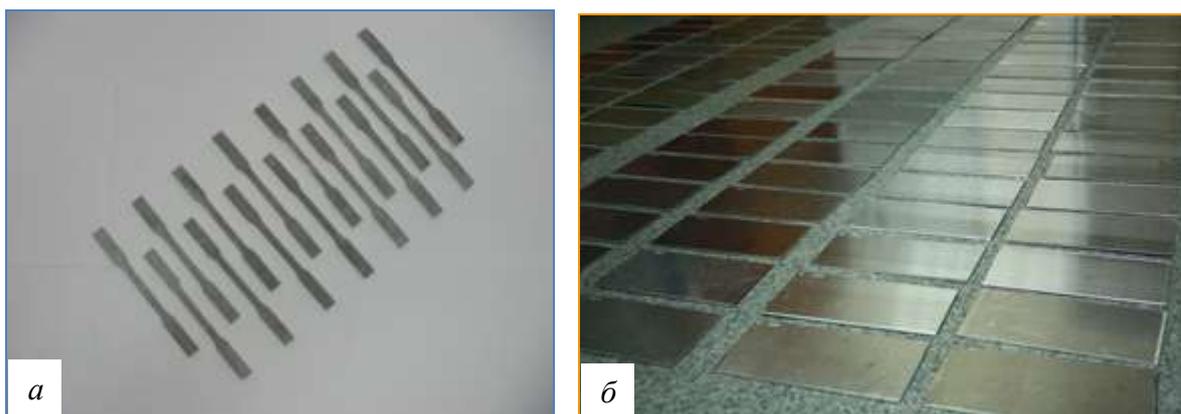


Рис. 2.1. Образцы сплавов ВД1 (а) и Д16 (б) для проведения экспериментов по облучению.

Сплав Д16. Облучению ионами подвергались полосы (карточки) размером 210×100 мм (рис. 2.1 б), вырезанные поперек и вдоль прокатки из холоднокатаных и термообработанных листов сплава Д16 толщиной 3,0 мм (степень деформации $\varepsilon = 60\%$). Полосы сплава Д16 были изготовлены с нормальной (или технологической) *плакировкой*, служащей для улучшения операции прокатки.

В лабораторных условиях на ОАО «КУМЗ» был проведен отжиг карточек Д16 с использованием серийных режимов, а также в ускоренном режиме, кроме того, была выполнена закалка карточек из сплава Д16 в серийном режиме (табл. 2.2).

Таблица 2.2. Исходное состояние и термическая обработка полос (карточек) из сплава Д16

№ п/п	Сплав	Вид обработки карточек	
1	Д16 Н	Холодная прокатка	
2	Д16 Т	Закалка	
		<i>Цеховой режим</i>	<i>Лаборатория</i>
		Селитра Т 492-500 °С. Выдержка 10 мин.	Загрузка в горячую печь 492-500 °С. Выдержка 20 мин. Закалка в воде (10-40 °С).
3	Д16 М	Отжиг	
		<i>Цеховой режим</i>	<i>Лаборатория</i>
		Печь № 2: 380-420 °С с выдержкой 30 мин. Печь № 5: 380-420 °С. Охлаждение до 260 °С.	Нагрев с печью до 390-410 °С. Выдержка 10 мин. Охлаждение с печью не более 30 °С/ч до 260 °С. Потом охлаждение на воздухе.
4	Д16 С	Сокращенный отжиг	
		<i>Цеховой режим</i>	<i>Лаборатория</i>
			Нагрев с печью до 355-365 °С. Выдержка 10 мин. Охлаждение на воздухе.

Сплав 1424. Для изготовления опытно-промышленной партии листов из сплава 1424 с технологической *плакировкой* был использован плоский слиток сечением 225×950×2500 мм плавки 4М-214, изготовленный на ОАО «КУМЗ». Толщина плакирующего слоя составляет 2-4% от номинальной толщины листа. Этот слой обеспечивает электрохимическую защиту основного металла от коррозии. Защита металла обеспечивается даже при наличии на нем механических повреждений.

Гомогенизацию слитка проводили при температуре 500±10 °С, выдержка 24 часа.

Изготовление опытно-промышленной партии листов 1424Б осуществлялось по следующей технологической схеме:

Горячая прокатка:

- первая горячая прокатка при температуре 395 ± 10 °С поперек литейной оси слитка с целью раскатки до ширины 1050 мм и приварки плакирующего планшета; полученную заготовку прокатывали вдоль литейной оси слитка до толщины 95-100 мм и осуществляли раскрой подкатов на заготовки длиной 1160 ± 20 мм для изготовления листов толщиной $2,5 \pm 0,5$ мм;
- вторая горячая прокатка при температуре 400 ± 10 °С поперек литейной оси слитка до толщины $8,5 \pm 0,5$ мм и разрезка на карточки под холодную прокатку.

Холодную прокатку проводили с использованием *предварительного* и *промежуточных* отжигов. В связи с отсутствием проходной печи для отжига горячекатаные и холоднокатаные карточки отжигали в садочной электропечи с выкатным подом стопой высотой не более 30 мм с прокладками. Температура отжига 370 ± 10 °С, время выдержки при заданной температуре – 1 ч. Охлаждение осуществлялось на воздухе с установкой вентиляторов для ускорения охлаждения листов.

Холодную прокатку до толщины 7,3 мм проводили *карточным методом* на реверсивном стане «Зимаг» поперек направления горячей прокатки в несколько этапов с *промежуточными отжигами* и технологически сложными *операциями выдержки* в селитровой ванне (аналогичным нагреву под закалку) с целью достижения регламентированного уровня разупрочнения для дальнейшей прокатки, которого не удается достичь на этом сплаве с помощью печного отжига.

Для проведения экспериментов по облучению исходные пластины были разрезаны на небольшие образцы размером $45 \times 35 \times 7,3$ мм с таким расчетом, чтобы в дальнейшем из них можно было изготовить по 3 образца для механических испытаний (рис. 2.2).

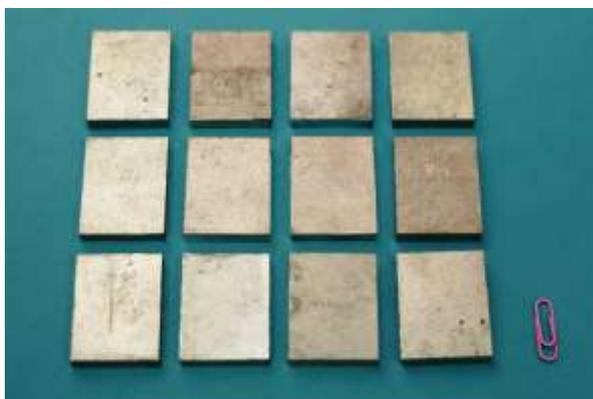


Рис. 2.2. Образцы сплава 1424 для ионно-лучевой обработки

2.2. Методика проведения ионно-лучевой обработки

2.2.1. Общее описание и технические характеристики ионного имплантера

Облучение исследуемых образцов проводилось на ионном имплантере ИЛМ-1 (рис. 2.3), разработанном сотрудниками Института электрофизики УрО РАН [152] и предназначенном для экспериментальных работ по облучению различных материалов пучками газовых ионов с энергией от 5 до 50 кэВ. Имплантер оснащен технологическим ионным источником «ПУЛЬСАР-1М», на основе тлеющего разряда низкого давления с холодным полым катодом, генерирующим пучки газовых ионов круглого сечения ($S \sim 100 \text{ см}^2$, $E = 10\text{-}50 \text{ кэВ}$, $j = 50\text{-}500 \text{ мкА/см}^2$).

Ионный источник «ПУЛЬСАР-1М» способен генерировать как *непрерывные* так и *импульсно-периодические* (миллисекундные) пучки газовых ионов сопоставимой средней мощности.

Предусмотрена система перемещения полос относительно пучка ионов в ходе облучения (со скоростью до 40 мм/с). При длине вакуумной камеры имплантера в продольном направлении, составляющей 3000 мм, имеется возможность перемещать под пучком полосы холоднокатаного металла и изделия длиной до 1000 мм. Вакуумная камера имплантера снабжена двумя загрузочными люками со смотровыми окнами диаметром 140 мм (рис. 2.4).

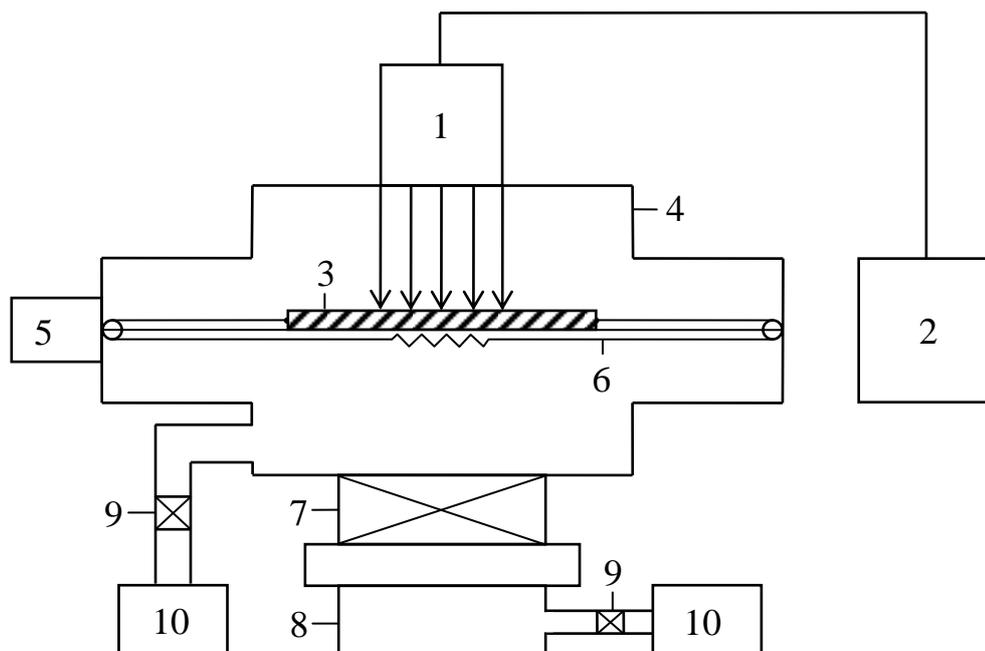


Рис. 2.3. Общий вид ионного имплантера ИЛМ- 1

Для обеспечения рабочего вакуума ($\sim 4\text{-}6\cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.) имплантер оснащен насосами *предварительной* откачки 2НВР-90Д, *безмасляной* высоковакуумной откачки (первой ступени) XDS35i, а также *высоковакуумным* турбомолекулярным насосом STP-A3003. Технические характеристики имплантера и его функциональная схема приведены в табл. 2.3. и на рис. 2.4. В ходе работы на ионном имплантере дистанционно регулируются ток разряда и ускоряющее напряжение ионных источников, и, кроме того, производится запись в файл всех основных параметров режима ионного облучения, включая временную зависимость температуры $T(t)$ облученных изделий.

Таблица 2.3. Технические характеристики ионного имплантера

№	Параметры	Значения
1	Питающая сеть - трехфазная, переменного тока: - частота - напряжение	50 Гц 380/220 В
2	Полная потребляемая мощность не более	26 кВт
3	Габаритные размеры	$\sim 1500 \times 3000 \times 2500$ мм ³
4	Установка обеспечивает безмасляный вакуум Предельный вакуум в вакуумной камере Время откачки до предельного вакуума Мощность, потребляемая системой вакуумной откачки	$5 \cdot 10^{-5}$ мм. рт. ст. 20 минут ~ 5 кВт
5	Ионные источники: Максимальная мощность, потребляемая ионным источником Количество ионных источников	10,5 кВт 2
6	Максимальная энергия ионов в пучке	50 кэВ
7	Площадь сечения пучка	100 см ²
8	Рабочий газ (Ar, N ₂ , O ₂) подается отдельно к каждому ионному источнику через ручной натекатель Количество натекателей	2
9	Комплект вакуумных насосов: - Высоковакуумный турбомолекулярный насос - Насос первой ступени безмасляной высоковакуумной откачки - Насос предварительной откачки вакуумной камеры	STP - A3003 XDS35i 2НВР-90Д
10	Количество наборов образцов, одновременно загружаемых в вакуумную камеру и их размеры: - без перемещения (максимальный размер 80×80 мм ² , масса - до 2 кг) - при непрерывном перемещении под пучком (размер 100×950, масса - до 2 кг)	4 шт. 1 шт.
11	Расстояние между поверхностью образца и ионным источником	~ 30 см



- 1 – Ионный источник;
- 2 – Блок управления ионным источником;
- 3 – Образец;
- 4 – Вакуумная камера;
- 5 – Электродвигатель системы передвижения образцов;
- 6 – Устройство передвижения образцов;
- 7 – Вакуумный затвор;
- 8 – ТМН (турбомолекулярный насос);
- 9 – Клапаны вакуумные;
- 10 – Форвакуумные насосы.

Рис. 2.4. Функциональная схема ионного имплантера ИЛМ-1.

2.2.2. Предварительный анализ скорости разогрева плоских мишеней и мониторинг температуры образцов в ходе облучения

В целях задания необходимых температурных режимов облучения образцов, а также воспроизводимости условий экспериментов по воздействию пучков ускоренных ионов на исследуемые материалы, осуществлялся автоматический контроль температуры разогрева мишеней в ходе облучения. Для этого была использована многоканальная компьютерная система измерения цифровых сигналов. Такая система позволяет проводить дистанционные многоканальные измерения температуры в ионном имплантере

с использованием системы термопар и накоплением результатов в виде цифровой и графической баз данных на жестком диске компьютера. Характеристики компьютерной системы многоканальных температурных измерений представлены в табл. 2.4. Абсолютные погрешности измерения температуры для ADAM-4019 с различными термопарами приведены в табл. 2.5.

Таблица 2.4. Технические характеристики компьютерной системы многоканальных температурных измерений

1	Тип используемой модульной аппаратуры	Advantech серии ADAM-4000 (модули 4019, 4520, 4524, 4950)
2	Число каналов измерения	8 дифференциальных или 6 дифференциальных и 2 однополюсных
3	Относительная ошибка измерения	$\pm 0,1\%$
4	Типы используемых термопар по международному классификатору	J, K, T, E, R, S, B J = 0÷760°C; K = 0÷1370°C; T = -100 ÷ +400°C; E = 0÷1000°C; R = 500 ÷ 1750°C; S = 500÷1750°C; B = 500÷1750°C
5	Температурная нестабильность	0,3 мВ/С
6	Коэффициент подавления шума на частоте 60 Гц	92 dB
7	Частота стробирования сигнала с термопары	10 Гц
8	Входное сопротивление	1,8 МОм
9	Оптическая изоляция аналоговых входов	3 кВ по постоянному току
10	Максимальная удаленность измерительного блока от блока управления на линии с передатчиком RS485	1,2 км
11	Скорость передачи данных в асинхронном формате от измерительного блока к блоку управления	(1200, 2400, 4800, 9600, 19.2К, 38.4К, 57.6К, 115.2К) б/с
12	Внешние условия эксплуатации	температура (-25 - +70)°С влажность до 95% без конденсации (класс А и CR по EMI)
13	Тип кабеля связи измерительного блока с блоком управления	одна экранированная медная витая пара в UTP4 Level-5
14	Тип связи ADAM -4021 с компьютером	RS-232 (Com-порт)
15	Состав программного обеспечения	MS-Windows XP HP SP2 Rus, Advantech Genie DAQ Builder Demo Eng , Genie DAQ RunTime Eng (PCLS-GNI-W32), Genie 3.0 Rus (с файлом руководства пользователя Geni_rus.pdf), Advantech Device Manager, Advantech ADAM Utility

Таблица 2.5. Абсолютные ошибки измерения температуры для ADAM-4019 с различными термопарами

Код	Термопара	Стандартная ошибка измерений	Максимальная ошибка измерений	Единица измерения
0E	J 0 to 760 °C	±1.0	±1.5	°C
0F	K 0 to 1370 °C	±1.0	±1.5	°C
10	T -100 to 400 °C	±1.0	±1.5	°C
11	E 0 to 1000 °C	±1.0	±1.5	°C
12	R 500 to 1750 °C	±1.2	±2.5	°C
13	S 500 to 1750 °C	±1.2	±2.5	°C
14	B 500 to 1800 °C	±2.0	±3.0	°C

Предварительно перед проведением экспериментов по облучению образцов были проведены *калибровочные измерения* температуры разогрева металлических мишеней мощными пучками ускоренных ионов при различных параметрах облучения (значениях энергии ионов E , плотности ионного тока j , флюенса (Φ) и скорости перемещения мишени под пучком v).

В результате для исследуемых образцов чистых металлов и сплава 1424, используемых при изучении спектрального состава свечения мишени, были установлены пределы температур, достигаемых при различных заданных значениях энергии ионов и плотности ионного тока. Для образцов алюминиевых сплавов ВД1, Д16 и 1424, используемых для изучения воздействия ионного облучения на структуру и свойства сплавов, были построены зависимости температуры от времени облучения при вариации энергии ионов и плотности ионного тока. Эти предварительные исследования позволили подобрать режимы облучения образцов исследуемых сплавов таким образом, чтобы температура образцов в ходе облучения не превышала заданные пределы, известные из термообработки данного сплава.

На рис. 2.5 в качестве примера приведены кривые нагрева исследуемых образцов сплава 1424 размером 35×45×7,3 мм в ходе их облучения ионами аргона в непрерывном режиме при вариации параметров облучения.

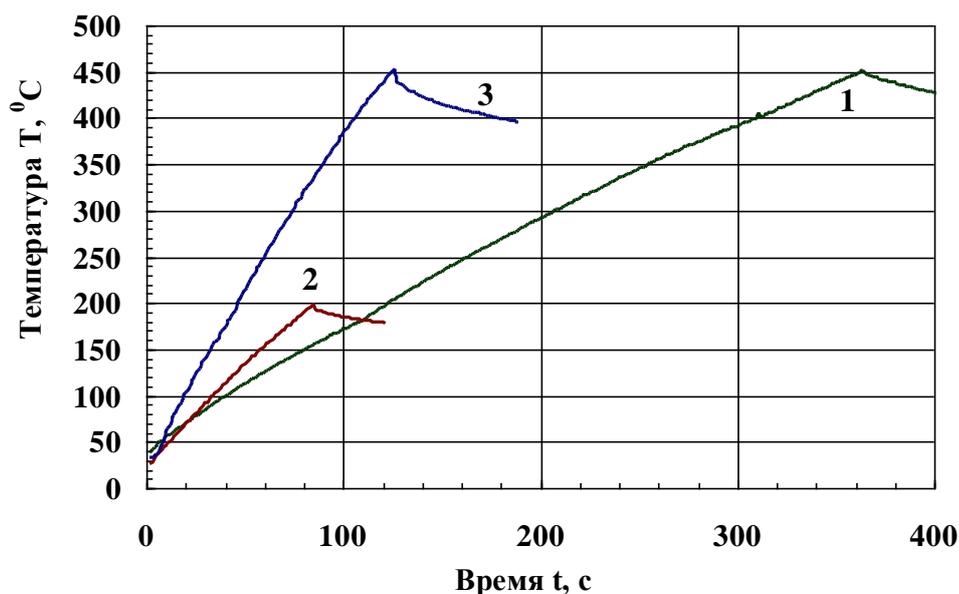


Рис. 2.5. Кривые нагрева образцов сплава 1424 пучком ускоренных ионов аргона с энергией $E = 40$ кэВ, при различных параметрах облучения: 1 – $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 4.5 \cdot 10^{17}$ см⁻²; 2 – $j = 250$ мкА/см², $\Phi = 10^{17}$ см⁻²; 3 – $j = 400$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻².

Кроме того, в ходе облучения образцов сплава 1424 размером $35 \times 45 \times 7,3$ мм контролировали температуру с двух сторон каждого образца. В качестве примера на рис. 2.6. приведены кривые нагрева для облучаемой и необлучаемой сторон при $E = 40$ кэВ и $j = 400$ мкА/см². Видно, что разница в температуре по толщине образца в ходе облучения в некоторых температурных интервалах может достигать 40-50 °С (в случае, если образец лежит на массивном металлическом коллекторе). Разность температур можно снизить, подвешивая образец на тонких нитях с низкой теплопроводностью, а также облучая образец одновременно с двух сторон (снизу и сверху) встречными пучками ионов от двух ионных источников (рис. 2.3).

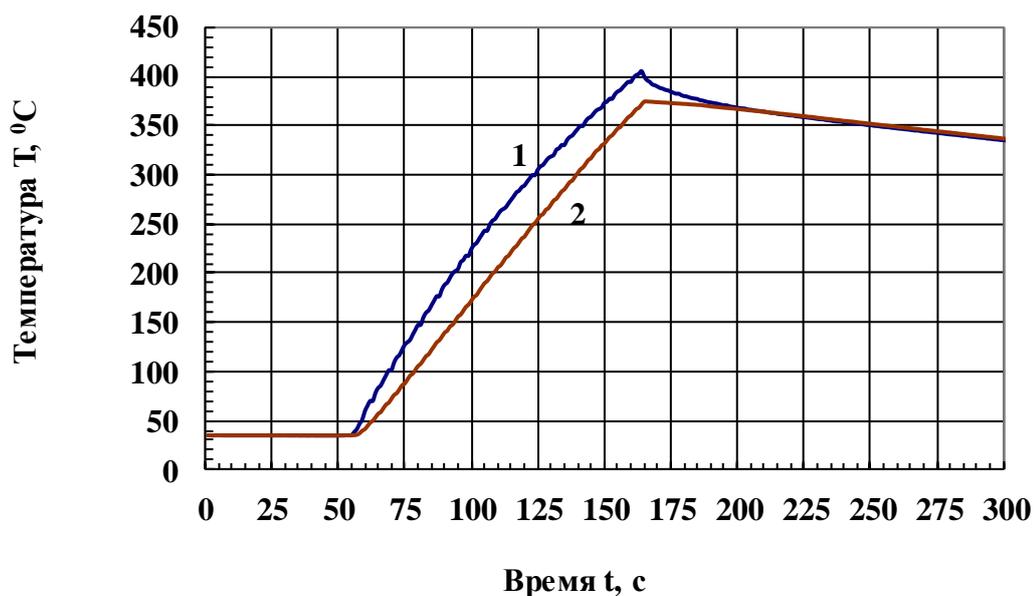


Рис. 2.6. Кривые нагрева образцов сплава 1424: 1 – облучаемая сторона, 2 – необлучаемая сторона.

Данные предварительного исследования температурных режимов позволяли оперативно подбирать режимы облучения образцов таким образом, чтобы их температура в ходе облучения не превышала требуемых пределов. В ходе каждого облучения, тем не менее, осуществлялся мониторинг температуры образцов (для этого к одному из одинаковых облучавшихся образцов, образцу-свидетелю, приваривалась термопара)¹².

2.2.3. Дополнительное оборудование и методика определения спектральной плотности энергетической светимости металлов в ходе ионной бомбардировки

Свечение металлических мишеней изучали в вакуумной камере имплантера при остаточном давлении $4-6 \times 10^{-5}$ мм рт. ст. в ходе облучения непрерывными пучками ионов Ag^+ при изменении энергии ионов от 5 до 30 кэВ и плотности ионного тока от 50 до 150 $\mu A/cm^2$. В ходе облучения осуществлялся непрерывный контроль температуры мишеней с помощью хромель-алюмелевой термопары. Результаты этих исследований представлены в главе 3 диссертации.

¹² Используемые ионные пучки, сечением 100 cm^2 , имели однородную по сечению плотность ионного тока.

Спектры свечения мишеней измерялись с помощью многоканального фотоприемника на базе дифракционного спектрографа ОС-12 [153] и ПЗС-линейки в диапазоне от 360 до 850 нм. Внешний вид представлен на рис. 2.7.

Световой поток от облучаемого образца из вакуумной камеры имплантера в фотоприемник передавался по многожильному кварцевому световоду. Приемный конец световода был установлен в вакуумной камере имплантера, на расстоянии ~ 5 см от края образца, и направлен на поверхность образца под углом $\sim 45^\circ$.



Рис. 2.7. Дифракционный спектрограф ОС-12

2.2.4. Некоторые методические аспекты экспериментов по воздействию пучков ускоренных ионов на сплавы ВД1 и Д16

Параметры ионно-лучевой обработки разрывных образцов холоднодеформированного сплава ВД1 и пластин сплава Д16 представлены в главе 4 диссертационной работы.

Для сравнительного анализа влияния *обычного* нагрева и нагрева *ионным пучком* на структуру и свойства холоднодеформированного сплава ВД1, был полностью воспроизведен в печи режим нагрева, имевший место при ионно-лучевой обработке флюенсом $\Phi = 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ($E = 40 \text{ кэВ}$, $j = 200 \text{ мкА/см}^2$), когда образцы нагревались за 8 с до 130°C . Обсуждение этих данных также представлено в главе 4 диссертации.

В ходе проведения экспериментов по радиационному отжигу пучками ускоренных ионов листов холоднодеформированного сплава Д16 были созданы условия, максимально

приближенные к технологии прокатки (лист не лежал на подложке, а находился в подвешенном состоянии, как при рулонной прокатке и перемещался под пучком ионов). Для проведения такого эксперимента по облучению движущихся полос алюминиевого сплава было разработано и установлено в камеру имплантера устройство, позволяющее перемещать карточки под ионным пучком с различной скоростью. Механизм перемещения образцов (рис. 2.8) состоит из рамы длиной 1020 мм, перемещающейся в двух направлениях на $\sim \pm 0,5$ м от центра пучка. На раму могут быть установлены требуемые образцы. С помощью тяг рама связана с редуктором, преобразующим вращательное движение в поступательное. При помощи магнитной муфты вращение передается от двигателя, расположенного за пределами вакуумной камеры.

Комбинация установленных на уголке 3-х микропереключателей и 4-х роликов, закрепленных на подвижном столе, обеспечивает 4 фиксированных положения, при которых одна из четырех помещенных в камеру имплантера мишеней оказывается на оси ионного источника. Скорость движения каретки (стола) пропорциональна подаваемому на двигатель напряжению и составляет 0,6-4,4 см/с. Допустимая нагрузка не должна превышать 2 кгс.

С целью обеспечения постоянной по сечению пучка скорости набора флюенса при облучении полос сплава 1424 из цилиндрического пучка ионов с помощью коллиматора вырезался ленточный пучок ионов 100×20 мм² либо 100×100 мм². Полосы облучались при их перемещении относительно ионного источника с различной скоростью от 1 до 3 см/с. Последняя координировалась, в частности, с необходимыми условиями подогрева движущихся мишеней (при заданных значениях энергии и плотности ионного тока). Для набора требуемого флюенса при необходимости использовалось многократное прохождение мишеней под пучком.



Рис. 2.8. Устройство перемещения образцов в камере ионного имплантера.

2.2.5. Условия модификации структуры и свойств сплава 1424

Облучение сплава 1424 производилось на имплантере ИЛМ-1 как с одной стороны, так и последовательно с двух сторон образцов $45 \times 35 \times 7,3$ мм (см. рис. 2.2). В ходе облучения образцы были неподвижны относительно пучка ускоренных ионов (т.к. перемещение в силу их небольших размеров не было необходимо). Ниже (в табл. 5.1, глава 5) приведены максимальные температуры, до которых образцы непрерывно нагревались в ходе ионного облучения (без выдержки при этих температурах).

Для доказательства решающей роли *радиационно-динамического* воздействия пучков ионов на исследуемые объекты нами были проведены эксперименты по нагреву холоднодеформированных образцов сплава 1424 в муфельной печи с точным воспроизведением режима их нагрева ионным пучком (рис. 2.9) с последующим исследованием их структуры и фазового состава. Результаты соответствующих сравнительных исследований изложены в разделе 5.4 диссертации.

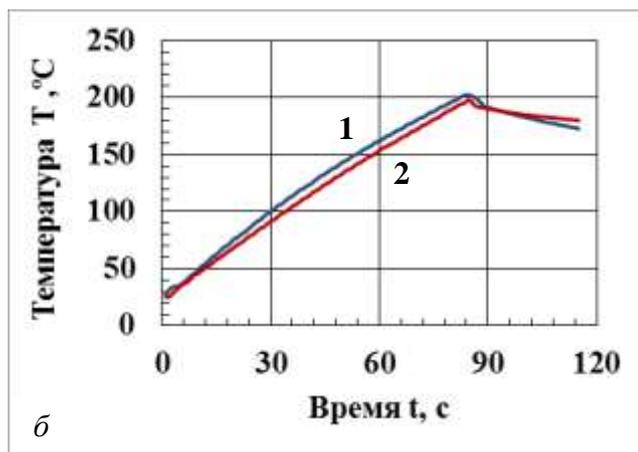
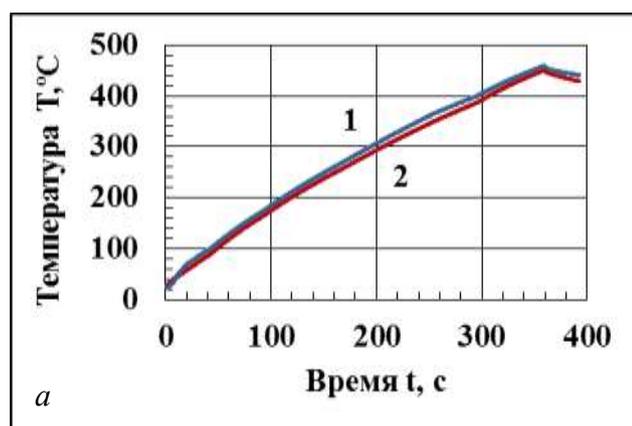


Рис. 2.9. Операции нагрева образцов сплава 1424 в муфельной печи (1), аналогичные их нагреву в ходе ионного облучения (2): а – $j = 200 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 4.5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$; б – $j = 200 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

Нами были проведены эксперименты по холодной прокатке исходных пластин сплава 1424 размером $45 \times 35 \times 7,3 \text{ мм}$ ($7,3 \text{ мм}$ – толщина) до толщины $1,2 \text{ мм}$ с использованием операций промежуточного *радиационного отжига* образцов пучками ускоренных ионов Ag^+ ($E=40 \text{ кэВ}$, $j=200 \text{ мкА/см}^2$). Прокатку осуществляли на прокатном стане в Институте машиноведения УрО РАН.

2.3. Методы изучения структуры, фазового состава и механических свойств сплавов

Информация о структурно-фазовом состоянии и механических свойствах исследуемых сплавов после различных обработок, была получена с помощью металлографического анализа, просвечивающей электронной микроскопии и статических испытаний на одноосное растяжение.

Металлографический анализ образцов алюминиевых сплавов проводился на оптическом микроскопе Neophot-30 в сечении, перпендикулярном облученной поверхности.

Для выявления зерен в алюминиевых сплавах использовался реактив состава: 1,0 мл HF, 26 мл HNO₃, 1,6 мл HCl, 100 мл H₂O. Травление микрошлифов сплавов осуществлялось в разных реактивах в 9 % водном растворе H₃PO₄ (до 15 мин), в реактиве Келлера (30 мл 5 % водного раствора HF + 30 мл 5 % раствора HNO₃ + 90 мл 5 % раствора HCl + 50 мл дистиллированной воды) или в 2 % растворе NaOH при температуре 60-80 °С.

Электронно-микроскопическое исследование образцов алюминиевых сплавов осуществляли в просвечивающем электронном микроскопе JEM-200 CX методом тонких фольг. Структура образцов изучалась в двух сечениях: параллельном облучаемой поверхности (на расстоянии ~ 150 мкм от нее) и перпендикулярном этой поверхности (по толщине образца).

Фольги изготавливали из массивных образцов толщиной 2, 3 и 7,3 мм следующим образом: на электроискровом станке вырезались пластинки толщиной 0,3 мм, *параллельные* поверхности образца (со стороны облучаемой поверхности, при этом лакирующий слой толщиной ~ 0,06 мм снимался), а также *перпендикулярные* этой поверхности. Далее их механически утоняли на наждачной бумаге до толщины 0,1 мм, а затем электролитически (при напряжении 20-40 В в хлорно-уксусном электролите состава: 23% HClO₄ и 77% CH₃COOH) до толщины, пригодной для просвечивания пучком электронов (~ 0.1 мкм). Температура электролита не превышала 5°С.

Статические испытания на одноосное растяжение образцов исследуемых алюминиевых сплавов, находящихся в исходном, деформированном и облученном состояниях, проводились при комнатной температуре по стандартной методике (ГОСТ 1497-84) [151]. Ошибка измерений составляла для предела прочности и предела текучести 3 %, для относительного удлинения 5 %. Полученные значения механических свойств есть результат усреднения не менее чем по трем образцам.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ СВЕЧЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЧИСТЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВА 1424 В ХОДЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Ar^+

Всякое, даже слабо нагретое тело излучает электромагнитные волны (тепловое излучение). При низких температурах не превышающих 1000 К, наблюдается, главным образом, инфракрасное излучение и радиоволны. По мере нагревания спектр теплового излучения меняется. Во-первых, увеличивается общее количество излучаемой энергии, во-вторых, появляется излучение все более коротких длин волн: видимое (от красного до фиолетового), ультрафиолетовое и т. д. [154, 155].

При каждом данном значении температуры нагретое тело излучает интенсивнее всего в некоторой определенной области спектра и, если эта область попадает в оптический диапазон, определяет видимый цвет объекта. Так, например, при температуре 3000 К, как правило, наиболее интенсивно оптическое *красное* излучение, при 6000 К – *желто-зеленое*, а при более высоких температурах (10000-20000 К) – *голубое, синее, фиолетовое*. Однако точное распределение энергии и точный вид спектра в общем случае зависят не только от температуры, но и от химического состава и физического состояния светящегося тела, а также от наличия на него того или иного *внешнего воздействия*.

Свечение поверхности различных веществ под воздействием пучков ускоренных ионов в оптическом диапазоне длин волн наблюдалось многими авторами. Спектры свечения содержат как дискретные линии, так и полосы непрерывного излучения. Считается, что наблюдаемый спектральный состав свечения обусловлен несколькими основными механизмами.

Дискретное излучение может эмитироваться той частью атомов, ионов и молекул, которая распыляется из поверхностных слоев твердых тел в возбужденном состоянии [156, 157] (*В числе распыляемых частиц могут присутствовать внедренные ранее частицы первичного пучка.*) От того, с какой глубины происходит рассеяние атомов или ионов, зависит их энергия и, соответственно, доплеровские сдвиги характерных для них оптических линий [156, 157].

Большая часть гипотез, предложенных с целью объяснения природы широких полос непрерывного излучения, относится к тем или иным видам люминесценции, связанной с распадом экситонов, рекомбинацией электрон-дырочных пар на собственных и образующихся при облучении радиационных дефектах, а также с протеканием на поверхности излучательных реакций между радикалами, созданными в ходе ионной бомбардировки [158, 159].

Наконец, во многих случаях под воздействием ионных пучков наблюдается излучение, имеющее непрерывный спектр, не обладающее признаками люминесценции [160]. В частности, оно имитируется не только поверхностью мишеней, но и приповерхностными объемами (толщиной до нескольких миллиметров), расположенными вне твердого тела. При этом отчетливо наблюдается светящийся ореол.

Некоторые авторы считают, что рассматриваемое явление характерно только для металлов с незаполненными d- и f- электронными оболочками. Однако совершенно аналогичное излучение наблюдается, например, для металлического марганца и для оксида алюминия Al_2O_3 [30].

Еще одной особенностью рассматриваемого вида излучения является корреляция его интенсивности с содержанием кислорода в облучаемой мишени и/или в атмосфере остаточных газов. Так, согласно некоторым данным, для чистых металлов оно наблюдается лишь при наличии остаточного давления кислорода в камере $P \geq 10^{-4}$ мм. рт. ст.

Ни одна из предложенных к настоящему времени теоретических моделей, которые могут быть условно разделены на термодинамические, молекулярные, отрывные и столкновительные [30, 161], не может объяснить все особенности рассматриваемого вида свечения и описать его спектр. Отметим, что все указанные модели основаны на рассмотрении механизмов формирования ансамблей распыляемых твердым телом атомов в возбужденном состоянии.

Это касается упомянутых выше неравновесных излучений, связанных с различными видами люминесценции. Очевидно, что любые неравновесные излучения вне твердого тела должны быть дискретными (ввиду отсутствия квазинепрерывных энергетических зон).

В связи с этим, в качестве альтернативной гипотезы, можно предположить, что мы имеем дело с неким равновесным (иначе говоря, с тепловым) или же, по крайней мере, с квазиравновесным излучением. Это может быть, например, излучение “термических пиков” (thermal spikes)¹³ [161], формирующихся, в случае облучения ионами *низких и средних* энергий (от 1 до 100 кэВ), непосредственно *вблизи поверхности* твердых тел [6, 12, 161, 162], как результат эволюции плотных (неразветвленных) каскадов атомных столкновений.

Хорошо известно, что глубина проникновения видимого излучения в металлы составляет величину порядка $\lambda/2$ (λ – длина волны излучения). Это означает, что *излучение* от термических пиков, формирующихся в областях плотных каскадов атомных

¹³ Или «тепловых клиньев» (как вариант перевода).

смещений (расположенных при вышеуказанных энергиях на глубине, заведомо не превышающей $l=\lambda/2$ и разогретых, согласно молекулярно-динамическим оценкам до нескольких тысяч градусов [4, 32, 76]) *можно* экспериментально *наблюдать* и изучать его особенности *по свечению* мишеней в зависимости от параметров облучения.

Сравнение этих результатов с теоретическими расчетами плотности энергии, выделяемой в каскадах атомных столкновений, а также их сопоставление с уже известными экспериментальными данными (прежде всего, относящихся к распределению распыляемых частиц по энергиям) позволило бы оценить степень достоверности высказанной гипотезы.

Атомы и/или атомные кластеры из таких областей, разогретых согласно имеющимся оценкам до нескольких тысяч градусов, эмиттируемые (выплескиваемые) в вакуум, могут являться причиной формирования *светящегося ореола* вблизи поверхности мишени.

С целью проверки высказанной гипотезы в настоящей работе была выполнена серия экспериментов по исследованию спектрального состава свечения поверхности чистых металлов: W, Zr, Fe и Al, а также сплава 1424 в ходе облучения ионами Ag^+ (5-30 кэВ) при вариации энергии ионов (E), плотности ионного тока (j) и температуры мишеней (T). Степень разогрева мишеней (при заданных E и j) зависит от условий теплоотвода и флюенса облучения. Методика эксперимента изложена в главе 2.

После нескольких минут облучения ионами Ag^+ с плотностью ионного тока 50-150 мкА/см² (см. главу 2) диэлектрический окисный слой с поверхности металлов полностью устраняется, что позволяет наблюдать свечение поверхности чистых металлов.

Заранее отметим, что спектры свечения технически чистого алюминия и сплава 1424, плакированного с поверхности тонким слоем ~ 100 мкм технически чистого алюминия, идентичны. Удаление плакирующего слоя так же не приводило к появлению каких-либо заметных изменений вида спектра свечения в пределах погрешности изменений.

В спектрах всех исследованных мишеней присутствуют две широкие непрерывные полосы излучения (рис. 3.1-3.6). Первая полоса с максимумом при длине волны λ_{ml} , изменяющейся в пределах приблизительно от 500 до 570 нм, согласно исходному предположению, соответствует *равновесному* (планковскому) или *квазиравновесному* излучению сильно разогретых приповерхностных областей облучаемых мишеней (thermal spikes – термических пиков). Типичный радиус таких областей ~ 5 нм. Вероятно также, это может относиться к плотной приповерхностной плазме, образующийся при

«выплескивании» термических пиков [4], давление в которых может достигать нескольких десятков кбар. Вследствие этого может наблюдаться светящийся ореол.

Время термализации каскада, т.е. формирования термического пика, составляет $\sim 10^{-12}$ с. При плотностях ионного тока от 50 до 150 на площади 1 см^2 одновременно существует не более 10^3 таких наноразмерных «горячих точек». Расстояние между ними составляет в среднем несколько сотен микрометров.

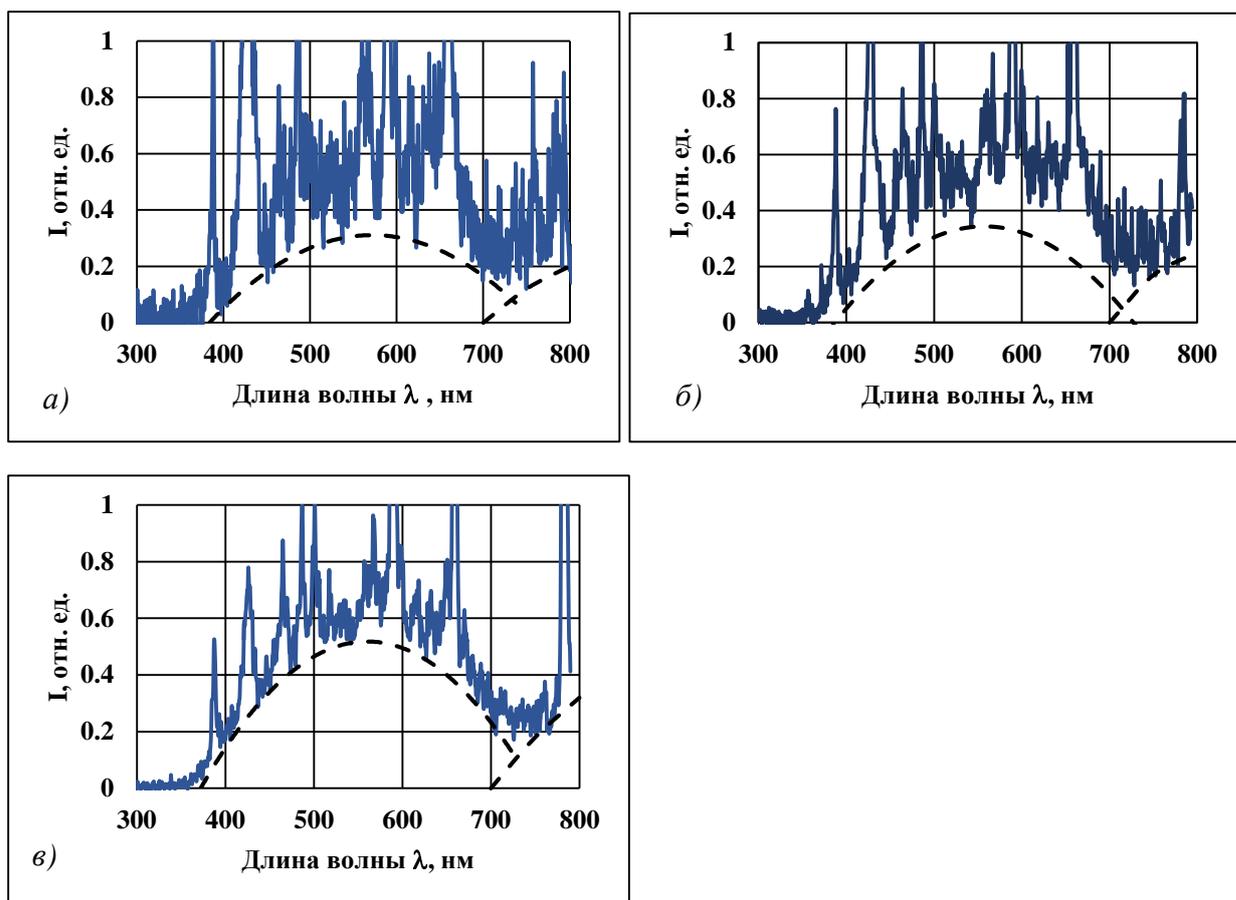


Рис. 3.1. Спектральный состав свечения мишеней W при облучении ионами Ar⁺:
а) E = 5 кэВ; б) E = 20 кэВ; в) E = 15 кэВ.

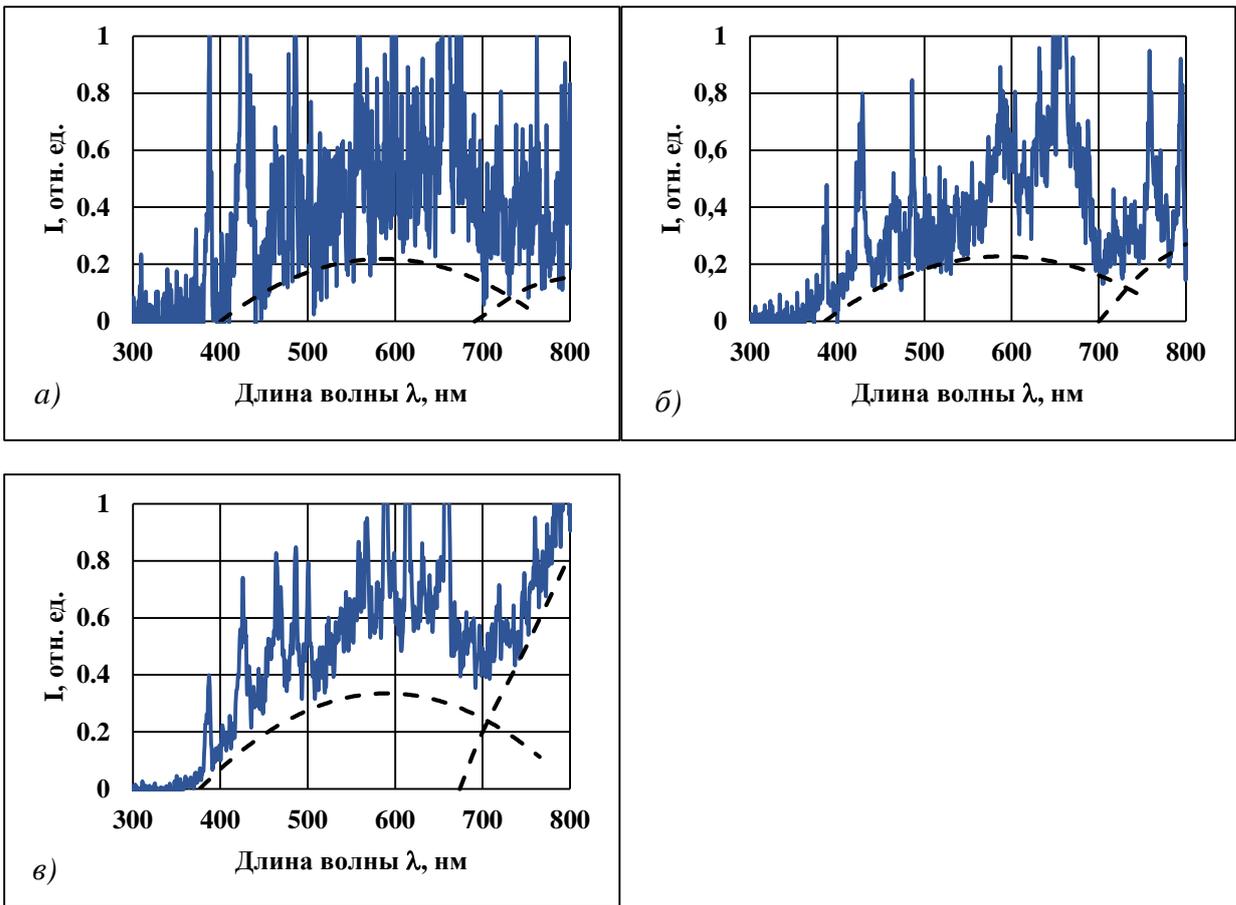


Рис. 3.2. Спектральный состав свечения мишеней Zr при облучении ионами Ag^+ :
 а) $E = 5$ кэВ; б) $E = 20$ кэВ; в) $E = 15$ кэВ.

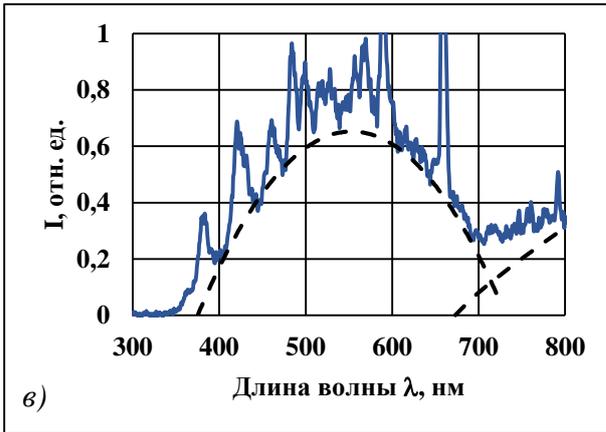
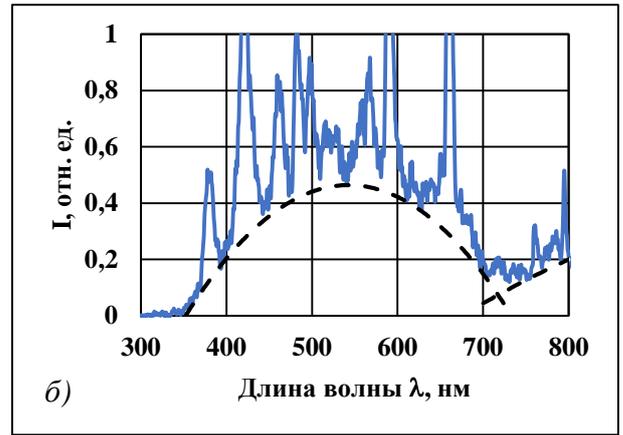
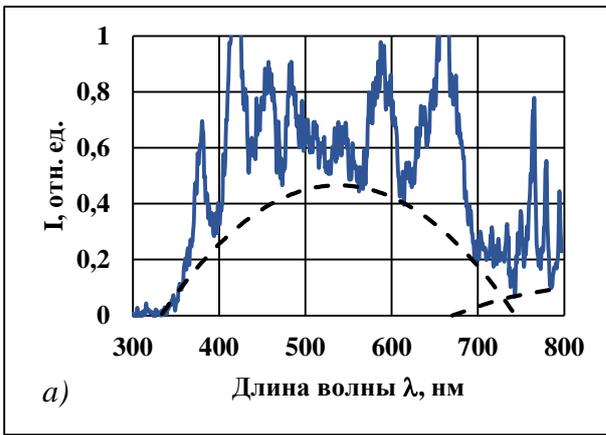


Рис. 3.3. Спектральный состав свечения мишеней α -Fe при облучении ионами Ar^+ :
 а) $E = 5$ кэВ; б) $E = 20$ кэВ; в) $E = 15$ кэВ.

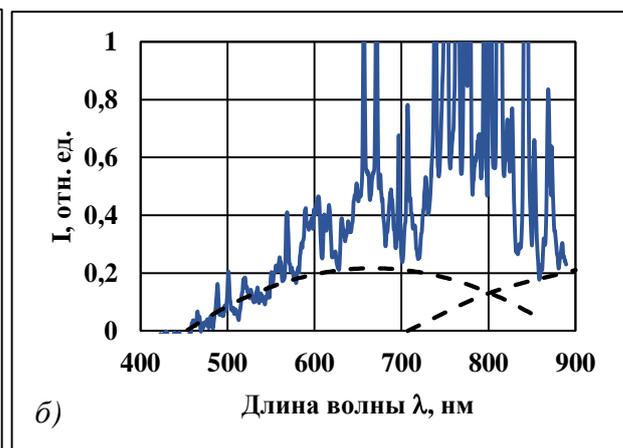
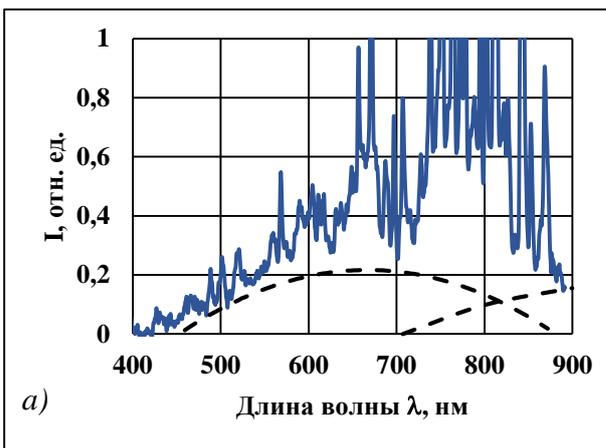


Рис. 3.4. Спектральный состав свечения мишеней из алюминиевого сплава 1424 при облучении ионами Ar^+ : а) $E = 5$ кэВ; б) $E = 15$ кэВ.

Аппроксимация тепловой части спектра (при программном отсечении быстро спадающих на «крыльях» узких гауссовских линий неравновесного излучения) в соответствии с принятой физической моделью должна осуществляться суммой двух планковских кривых:

$$\varepsilon_{\lambda, T_1, T_2} = \varepsilon_0 \cdot \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \left[\frac{a_1}{\exp\left(\frac{hc}{k\lambda T_1}\right) - 1} + \frac{a_2}{\exp\left(\frac{hc}{k\lambda T_2}\right) - 1} \right], \quad (3.1)$$

где h и c – постоянная Планка и скорость света в вакууме, k – константа Больцмана, T_1 – температура наноразмерных зон взрывного энерговыделения (термических пиков), T_2 – температура интегрально разогретой матрицы (мишени), измеряемая термопарой, ε_0 , a_1 , a_2 – константы (подгоночные параметры), учитывающие степень черноты и интегральные сечения объектов свечения, а также поглощение оптического излучения в поверхностном слое и аппаратурные факторы.

Для инфракрасной полосы, отвечающей интегральному нагреву мишени до температуры ($T_{m2}=b/\lambda_{m2}$), измеряемой термопарой, положение максимума $\lambda_{m2}=b/T_{m2}$ известно, поэтому необходимо при подгонке методом МНК варьировать только интенсивность. Для линии, ассоциируемой со свечением термических пиков, необходимо варьировать (помимо интенсивности) также положение ее максимума λ_{m2} , определяемое температурой термического пика.

Нами было проведено (см. ниже) лишь качественное описание отдельных кривых, а оценка температуры термических пиков осуществлялась с использованием закона смещения Вина, поскольку выяснилось, что ширина экспериментальных полос заметно меньше ширины пиков равновесного планковского излучения (рис. 3.5). Такое различие указывает на то, что области взрывного энерговыделения (области плотных каскадов) в процессе их эволюции не достигают состояния идеального равновесия. В силу этого подгонка экспериментальных кривых методом МНК не проводилась. Теоретическая кривая на рис 3.6, рассчитана по формуле (3.1), исходя из требования наилучшего согласия с экспериментом в некоторых реперных точках (а именно, в максимуме видимой области и ряде точек из видимой и ближней инфракрасной области).

Это отражает продолжающуюся до сих пор дискуссию о принципиальной возможности либо невозможности достижения теплового равновесия за достаточно короткие времена. Так, например, в [163] отмечается, что возбужденная каскадная

область, строго говоря, никогда не находится в равновесии в силу малости временных и пространственных масштабов процесса. Это касается, в частности, возможности введения понятия температуры и использования макроскопических законов теплопроводности.

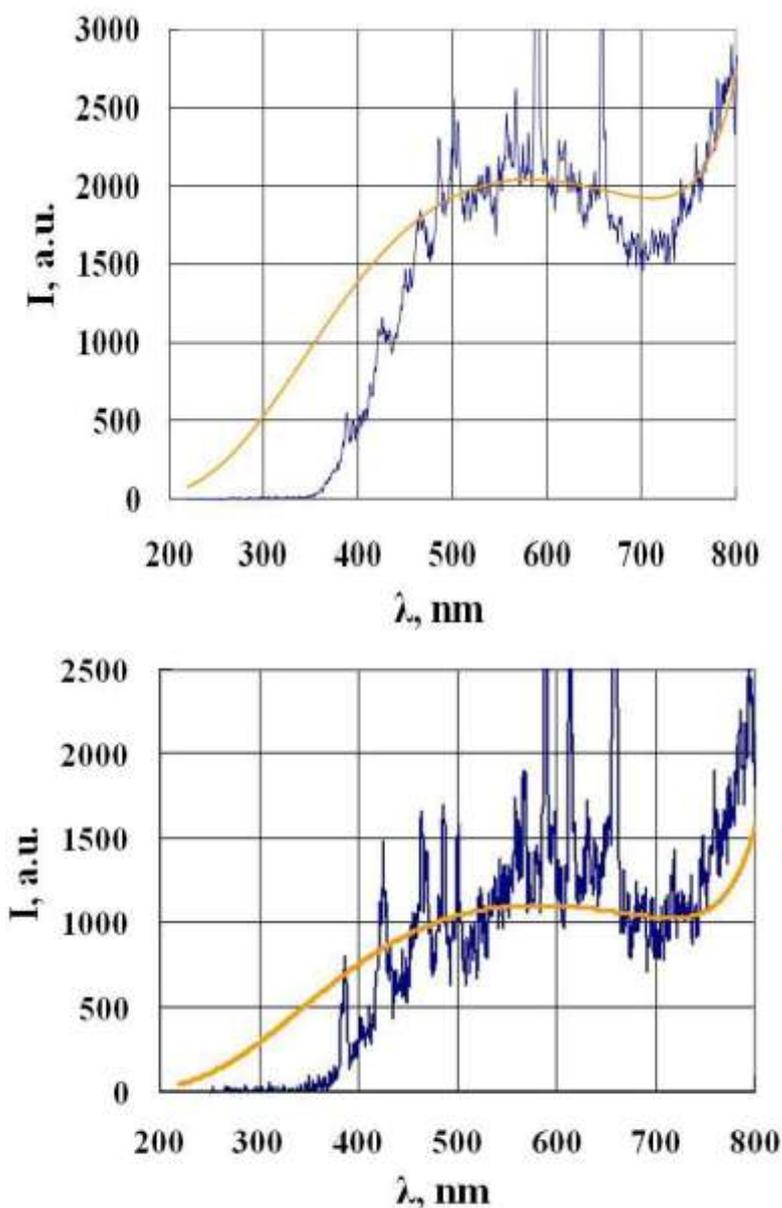


Рис. 3.5. Спектральный состав излучения Zr и W при облучении ионами Ar^+ : а) Zr, $E = 15$ кэВ, $T_1 = 5040$ К, $T_2 = 753$ К (измерено термопарой) $T_2^* = 995$ К, (по результатам описания спектра свечения); б) W, $E = 20$ кэВ, $T_1 = 4938$ К, $T_2 = 713$ К, $T_2^* = 990$ К. Плавные кривые – описание эксперимента суммой планковских зависимостей, соответствующих $T = T_1$ и $T = T_2^*$, с соотношением интенсивностей равным β (см. в тексте). В обоих случаях $\beta \sim 1 \cdot 10^{-6}$.

По всей вероятности, как это следует из эксперимента, реализуется *промежуточный* вариант *квазиравновесного* состояния. Согласно имеющимся оценкам [5, 32, 76] время предполагаемой термализации пиков составляет порядка 10^{-12} с, а время отвода энергии из этих областей за счет теплопроводности, как по электронной, так и по атомной подсистемам - порядка 10^{-11} с.

С другой стороны, расчеты в рамках современных гибридных моделей Монте-Карло и молекулярной динамики [5, 164] свидетельствуют о том, что уже после 4-6 соударений на атом в компактных областях, включающих *порядка* 10^2 атомов (в объеме плотного каскада) распределение кинетических энергий атомов может быть описано максвелловским распределением с погрешностью всего лишь в несколько процентов. Это дает основание использовать понятие температуры и исследовать с определенной степенью приближения объемы с характерными размерами 8-15 нм, содержащие от нескольких *десятков тысяч* до нескольких *сотен тысяч* атомов.

В силу высокой степени наглядности, мы использовали понятие температуры для характеристики ансамблей атомов в термализованных или почти термализованных (в указанном выше смысле) каскадах, вполне осознавая объективные ограничения такого подхода. Следует указать также на то, что ниже речь пойдет об оценках, безусловно, лишь усредненных значений температуры, характеризующих состояние наиболее разогретых областей плотных каскадов и дающих максимальный вклад в спектральную плотность излучения:

$$E_T = \int_0^{\infty} E_{\lambda,T} d\lambda \sim T^4. \quad (3.2)$$

Максимум второй полосы при длине волны λ_{m2} расположен в ИК-области. Эта полоса проявляется лишь в виде ее коротковолнового крыла и обусловлена тепловым излучением мишени, интегрально нагретой воздействием пучка (значение λ_{m2} определялось по показаниям термопары).

На фоне этих широких полос во всех спектрах наблюдается значительно более узкие полосы *неравновесного* излучения, некоторые из этих полос хорошо соответствуют излучению атомов облучаемых металлов, а также излучению атомов аргона [163]. Эти полосы наиболее отчетливо проявляются при ускоряющем напряжении менее 10 кВ. Для идентификации остальных полос необходимы дополнительные исследования. На рис. 3.6 представлена схема формирования наблюдаемого спектрального состава свечения мишеней в ходе бомбардировки пучками ускоренных ионов.

В предположении о достижении *квазиравновесного* состояния в области термических пиков в результате термализации плотных каскадов атомных смещений, с

использованием закона смещения Вина получены оценки значений температуры в области термических пиков для различных металлов в зависимости от параметров облучения (см. табл. 3.1).

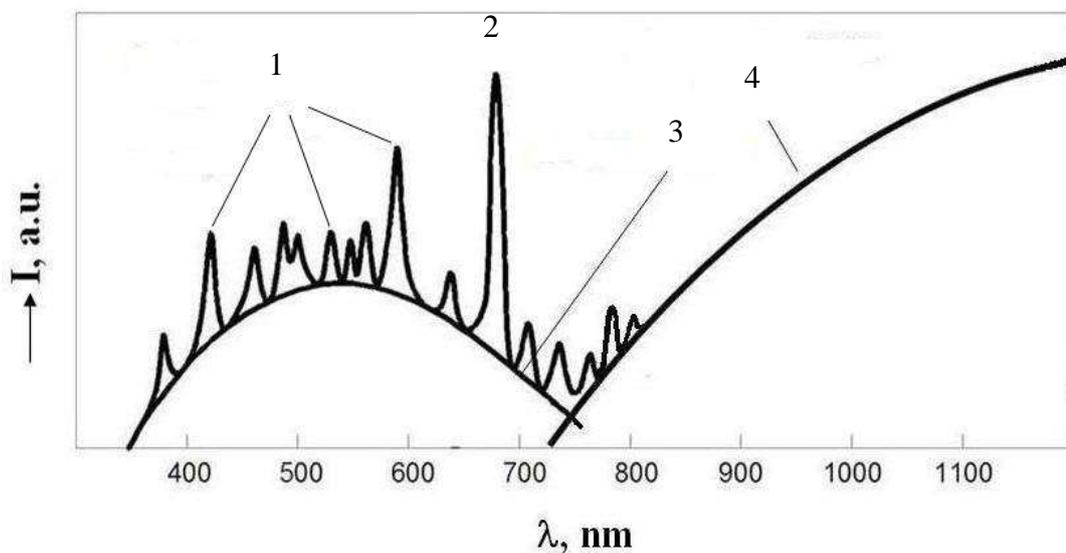


Рис. 3.6. Схема, иллюстрирующая формирование спектрального состава свечения поверхности металлов при облучении ионами Ag^+ ($E = 5\text{-}20$ кэВ): 1 - неравновесное излучение (приповерхностная плазма); 2 - Ag^+ ; 3 – термические пики; 4 – интегральный нагрев мишени.

Таблица 3.1. Теоретическая температура термического пика (T_1) в различных мишенях при облучении ионами Ag^+ в зависимости от энергии ионов, плотности ионного тока и температуры мишени

Энергия иона Ag^+ , кэВ	Продольный и поперечный размеры каскада, нм		Длина волны Вина, нм	Температура мишени, К	Температура каскадной области, К и соответствующие оценки давления, ГПа				Экспериментальный предел текучести, ГПа*	Теоретический предел текучести, ГПа
	$\Delta R_{ }$	ΔR_{\perp}			λ_m	T_m	$T_{\text{эксп}}$	P_1		
Алюминий(Al)										
5	3,7	2,7	800	348	3736	4,66	6038	7,52	0,05-0,120	3,46
8	4,9	3,7	800	383	3733	4,66	4044	5,04		3,46
10	5,7	4,2	830	490	3601	4,49	3543	4,41		3,46
Железо(Fe)										
5	2,5	2,6	472	343	5796	10,16	6802	11,92	0,1-0,25	9,33
8	3,4	3,5	466	344	5523	9,68	4537	7,95		9,33
10	4,4	4,5	535	388	5420	9,50	3476	6,09		9,33
15	5,1	5,2	550	533	5269	9,24	2910	5,10		9,33
20	6,2	6,4	560	614	5129	8,99	2333	4,09		9,33
Цирконий(Zr)										
5	4,6	3,5	570	377	5087	4,54	4184	3,73	0,2-0,3	4,4
8	6,1	4,6	580	383	5000	4,46	3042	2,71		4,4
10	7,0	5,2	620	493	5055	4,51	2760	2,46		4,4
13	8,3	6,1	570	554	5087	4,54	2360	2,10		4,4
15	9,2	6,7	580	753	5040	4,49	2311	2,06		4,4
17	10,0	7,3	540	813	5370	4,79	2182	1,95		4,4
20	11,1	8,1	455	974	4938	4,40	2152	1,92		4,4
Вольфрам(W)										
5	3,5	2,6	520	328	5748	7,50	6508	8,49	0,7-1,4	21,46
8	4,6	3,5	590	363	5663	7,39	4528	5,91		21,46
10	5,3	4,0	543	413	5504	7,18	3873	5,05		21,46
13	6,2	4,7	545	453	5484	7,15	3238	4,22		21,46
15	6,8	5,2	560	520	4996	6,52	2914	3,80		21,46
17	7,4	5,6	536	633	4960	6,47	2782	3,63		21,46
20	8,2	6,3	570	708	4912	6,41	2511	3,27		21,46

Так, для *железной* мишени длина волны, соответствующая максимуму планковского излучения при энергии ионов Ar^+ 5 кэВ, приблизительно равна 500 нм. В соответствии с законом смещения Вина $T = b/\lambda_{m1}$ это отвечает температуре $T \approx 5796 \text{ K}$ ($b = 0.002898 \text{ м}\cdot\text{К}$ - постоянная Вина). Оцененная погрешность составляет приблизительно 300 К. При энергиях ионов 10, 15 и 20 кэВ соответствующие значения температуры равны 5420, 5269 и 5129 К.

Аналогичные оценки из экспериментов по облучению ионами Ar^+ с энергией 5, 10, 15 и 20 кэВ получены для мишеней из *циркония* (5087, 5055, 5040 и 4938 К), из *вольфрама* (5478, 5504, 4996 и 4919 К).

Для мишеней из технически чистого алюминия и сплава 1424 при энергиях ионов аргона 5 и 10 кэВ значения температуры в области термализованных каскадов равны, соответственно, 3726 и 3601 К, что ниже чем в тяжелых металлах и согласуется с данными расчета с использованием программы SRIM и КБИ-1.

Следует отметить, что степень отклонения состояния термализованных областей от равновесного зависит от различных факторов. Она определяется энергией бомбардирующих ионов, элементным составом мишеней, размерами образующихся в них термализованных областей и особенностями их эволюции. При этом необходимо отдельно учитывать электронные и решеточные процессы [12].

Легко оценить, что при значении флукса ионов $\Phi \sim 10^{15} \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ (что соответствует использованной нами плотности ионного тока однозарядных ионов Ar^+ - 150 мкА/см²) за время жизни максимально разогретого термализованного каскада ($\tau \sim 10^{-12} \text{ с}$ [5]) на площади размером 1 см² будет одновременно существовать $\sim 10^3$ таких каскадов.

При значении радиуса почти сферических каскадов для случая облучения Fe и W ионами Ar^+ с $E = 20 \text{ кэВ}$ равного, согласно расчетам методом TRIM, $\sim 5 \text{ нм}$ – суммарная площадь (s) излучающих термических пиков на площади $S = 1 \text{ см}^2$ составит $\sim 10^{-6} \text{ см}^2$. Доля термических пиков в спектральном составе излучения для Fe и W ($\alpha = s/S \sim 10^{-6}$). Полученная оценка значений s/S , так же как аналогичная оценка для Zr, согласуются по порядку величины с данными, полученными из эксперимента, в результате подгонки видимой и ИК-полос планковскими кривыми (см. рис. 3.5). А именно, с учетом закона Стефана-Больцмана (отношение интегральных интенсивностей этих полос $\beta = \alpha E_{T_1} / E_{T_2} = \alpha T_1^4 / T_2^4$ (например, при $T_1 \sim 6000 \text{ K}$ и $T_2 \sim 600 \text{ K}$ $\beta \sim 10^{-2}$, что удовлетворительно согласуется с экспериментом).

Преобладающий вклад в формирование спектрального состава излучения (этот вклад пропорционален T^4) дают начальные стадии жизни термических пиков, когда они

наиболее разогреты. В связи с этим легко подсчитать, что среднее значение длины волны, отвечающей максимуму наблюдаемого излучения, будет смещено в длинноволновую область (вследствие остывания термических пиков), относительно положения максимума для наиболее горячих областей, приблизительно всего лишь на 8%. Это соответствует отличию измеренных нами значений температур (усредненных по множеству термических пиков на исследуемом участке поверхности) от максимальных значений примерно на 7%.

Хотя сделанные оценки являются достаточно грубыми, в целом, они свидетельствуют в пользу предлагаемой модели объяснения происхождения сплошной полосы излучения в видимой области при облучении металлов ионами низких и средних энергий.

Рост интенсивности ИК крыла излучения для всех металлов и сплава 1424 коррелирует с увеличением энергии ионов, плотности ионного тока, флюенса и, как уже отмечалось, связан с интегральным разогревом мишеней ионным пучком (контролировавшимся с помощью термопары). Тем не менее, коротковолновое крыло инфракрасной полосы спектра удовлетворительно описывается лишь при задании значений T_2 , несколько превышающих показания термопары (рис. 3.6). Это, по всей видимости, указывает на наличие динамических неоднородностей температуры в наноразмерном приповерхностном слое мишеней, вследствие постоянного образования и остывания термических пиков, не регистрируемых термопарой.

Существенно меньшая ширина видимой полосы по сравнению с расчетной демонстрирует явное отклонение экспериментального профиля свечения от планковской зависимости, что свидетельствует о вкладе в свечение каскадных областей, не достигших состояния термодинамического равновесия. В силу того, что процесс эволюции каскада вплоть до формирования термического пика является квазиadiaбатическим, средняя энергия в расчете на атом в ходе этого процесса остается постоянной. Это является дополнительным аргументом в пользу правомерности использования понятия температуры, которая служит, согласно только что приведенным рассуждениям, несмещенной оценкой средней энергии атомов вещества в области термического пика.

То, что плотность выделяемой в каскаде энергии и, соответственно, температура термического пика (табл. 3.1) *возрастает с уменьшением* энергии ионов (а длина волны излучения при этом уменьшается), согласуются с выполненными нами молекулярно-динамическими расчетами с использованием программы SRIM [4].

Были рассчитаны пространственные распределения потерь энергии и оценены продольный и поперечный среднеквадратичные «размеры» зон энерговыделения $\Delta R_{\parallel}(E)$ и $\Delta R_{\perp}(E)$ для различных значений энергии E бомбардирующих ионов Ar^+ .

Хотя существуют известные трудности определения объема V термализованного (время термализации $\sim 10^{-12}$ с) каскада и, соответственно, аккумулируемой в нем плотности энергии: $\varepsilon = E/V$, можно предположить, что для ионов низких энергий этот объем в первом приближении пропорционален объему зоны энерговыделения в столкновительных процессах (за время $\sim 10^{-12}$ с):

$$V(E) = k4/3\pi \Delta R_{\parallel}(E) \Delta R_{\perp}^2(E), \quad (3.3)$$

где k – фиксированный коэффициент, $\Delta R_{\parallel}(E)$ и $\Delta R_{\perp}(E)$ – продольный и поперечный размер каскада, усредненная форма которого (см. главу 2) представляет собой эллипсоид вращения. В этом случае для любых заданных энергий E_1 и E_2

$$\varepsilon(E_1)/\varepsilon(E_2) = (\Delta R_{\parallel}(E_1) \Delta R_{\perp}^2(E_1)) / (\Delta R_{\parallel}(E_2) \Delta R_{\perp}^2(E_2)). \quad (3.4)$$

С другой стороны, в пересчете на единичный атом¹⁴ термализованного каскада, $\varepsilon(E) = 3/2kT$, откуда $\varepsilon(E_1)/\varepsilon(E_2) = T_1/T_2$. Записанные соотношения дают возможность сопоставить экспериментальные данные по определению температуры термических пиков в зависимости от энергии бомбардирующих ионов Ar^+ с результатами расчета $\varepsilon(E)$ методом TRIM.

На рис. 3.7 представлены расчетные кривые $\varepsilon(E)$ в сравнении с экспериментальными данными для Fe и Al. Прежде всего, следует обратить внимание на качественное согласие абсолютных значений температур, полученных экспериментально и рассчитанных методом TRIM. Наблюдаемая в эксперименте тенденция к снижению температуры в области термического пика с увеличением энергии бомбардирующих ионов, что связано с более быстрым относительным ростом объема каскада по сравнению с энергией иона, согласуется с результатами расчета. С учетом того, что метод TRIM широко признан как метод, адекватно описывающий все основные эксперименты по ионному внедрению, отмеченные особенности экспериментальных данных являются существенным аргументом в пользу гипотезы о тепловой (или квазитепловой) природе широкой полосы свечения твердых тел при облучении ионами низких и средних энергий.

¹⁴ $E/N = E/(Vn)$, где n – ядерная плотность вещества, $1/\text{см}^3$.

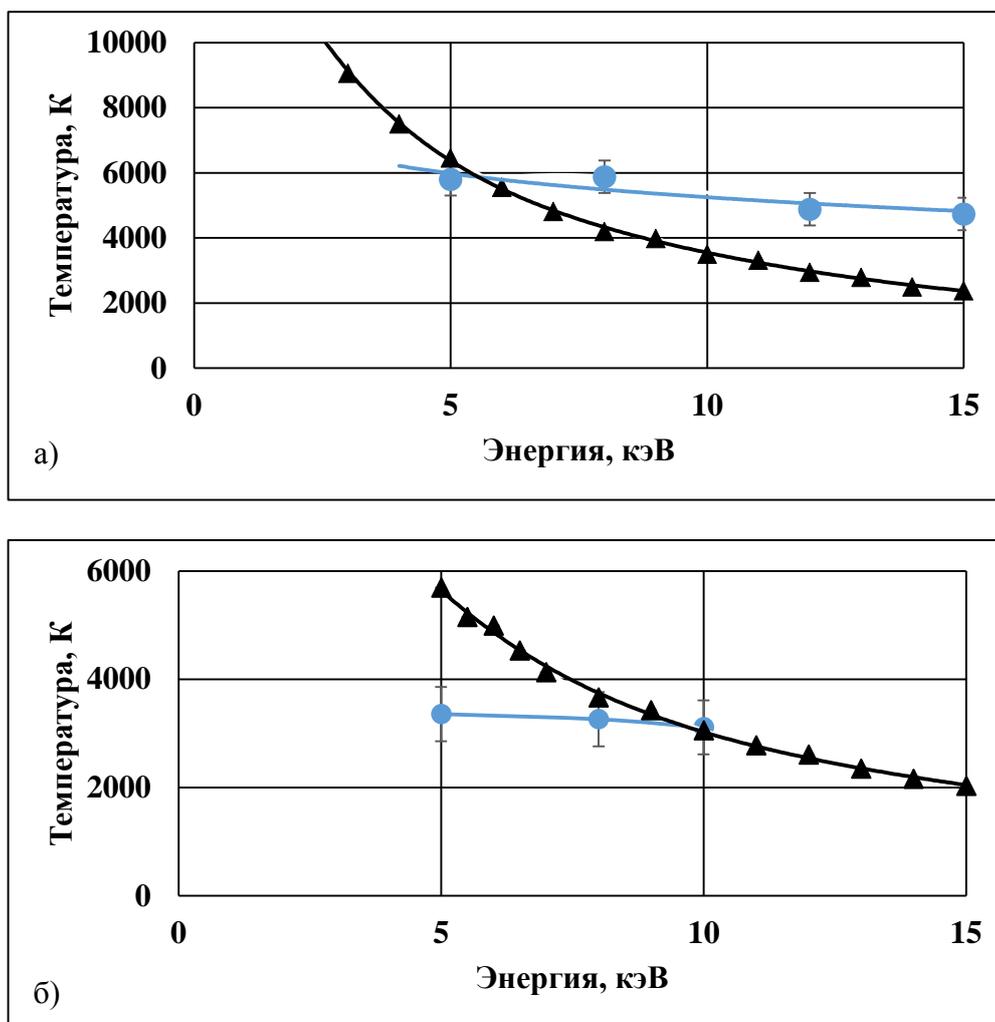


Рис. 3.7. Теоретическая (▲ – TRIM) и экспериментальная (● – из анализа спектра свечения мишеней) температура термических пиков при облучении чистого железа (а) и алюминия (б) ионами Ag^+ в зависимости от энергии ионов.

Для ионов Ag^+ рассматриваемых энергий, внедряемых в металлы: Fe, Zr, W и Al, оценки температуры термических пиков, как средней энергии на атом каскада (для случая неразветвленных каскадов): $T \sim E/N$ ($E/N = 3/2$ кТ), где E и N – энергия иона и число атомов каскада, составляет значения от $2 \cdot 10^3$ К и выше. Эти оценки в целом удовлетворительно согласуются с полученными нами экспериментальными данными, являясь сильно чувствительными к E и N . То, что плотность выделяемой в каскаде энергии и, соответственно, температура термического пика возрастает с уменьшением энергии ионов (а длина волны излучения при этом уменьшается), согласуется с выполненными нами расчетами методом Монте-Карло и является следствием того, что энергия каскада растет быстрее, чем энергия порождающего этот каскад иона.

С учетом того, что $N = nV(E)$, где $V(E)$ – объем каскада, определяющийся соотношением (3.3), включающим данные расчета методом TRIM, n – атомная плотность

вещества (облучаемого металла), то с учетом того, что $n = N_A \rho / A$ (где N_A , ρ и A – число Авогадро, массовые плотность и атомная масса вещества), имеем

$$\frac{E}{N} = \frac{3}{2} kT = \frac{AE}{N_A \rho V(E)} \quad (3.5)$$

откуда

$$T_{теор} = \frac{2AE}{3N_A \rho V(E)} + T' \quad (3.6)$$

Здесь T' – поправка на интегральный разогрев мишени ионным пучком, определяемая по показаниям термопары. Полученные таким образом расчетные значения температуры (расчетные приращения плюс поправка) приведены в табл. 3.1, наряду с экспериментальными значениями, полученными из анализа спектра свечения.

С использованием значений температуры в термических пиках, полученных экспериментально и рассчитанных методом TRIM, выполнены оценки давления в области термических пиков для различных значений энергии ускоренного иона Ar^+ . Для этого принято во внимание соотношение $P = E/V(c_p/c_v - 1)$ [1]. Использование значения $(c_p/c_v - 1) = 0,66$ для идеального газа дает нижний предел давления в области термического пика в адиабатическом приближении.

Теоретическое значение давления P_2 (табл. 3.1) рассчитывалось с использованием величины $V(E)$, полученной из соотношения (3.3) и данных TRIM. Экспериментальная оценка P_1 определялась аналогично, только значение $V(E)$ определялось при этом из соотношения

$$V(E) = \frac{2AE}{3N_A \rho k T_{экс}}, \quad (3.7)$$

которое следует из (3.5).

Результаты анализа табл. 3.1 свидетельствуют о том, что при невысоких значениях энергии E ионов Ar^+ давление в области термических пиков для Al, Fe и Zr может превышать *теоретический предел текучести* этих материалов. Такое гигантское давление способно вызывать пластическое течение среды на фронте испускаемых наноразмерными каскадными областями ударных волн [6].

В метастабильных средах такие волны могут инициировать на своем фронте самораспространяющиеся вглубь вещества структурно-фазовые превращения. Результаты

исследования спектров свечения металлов подтверждают такую возможность. И, безусловно, во всех без исключения случаях давление в области термализованных каскадов превышает реальный предел текучести этих материалов.

В работе [165] в ходе облучения чистого железа ионами аргона с энергией 10 кэВ с использованием времяпролетных методик обнаружены рассеянные атомы тепловых энергий. Эти результаты достаточно хорошо согласуются с результатами выполненного исследования. Так, наиболее вероятная скорость для измеренного экспериментально распределения распыленных нейтральных атомов железа по скоростям, внешне подобного максвелловскому, соответствует температуре термического пика $T = 5800$ К.

В работе [166] показано, что основная масса частиц с тепловыми энергиями является нейтральной, т.к. не испытывает какого-либо влияния со стороны наложенного внешне электрического поля, перпендикулярного к поверхности, напряженностью до 4 кВ/см.

Важным аргументом в пользу особой роли термических пиков является то, что сплошное излучение (континуум) не наблюдается при других способах возбуждения поверхности. Газовый разряд, дуга, искра, лазерное возбуждение, столкновения ускоренных частиц в газовой фазе дают лишь хорошо разрешенные узкие линии, отражающие химический состав мишени [30], и только при ионной бомбардировке хорошо виден континуум.

Влияние кислорода можно объяснить тем, что образование на поверхности мишени диэлектрических оксидных слоев, прозрачных для оптического излучения, увеличивает интенсивность и, соответственно, вероятность экспериментального обнаружения равновесного излучения термических пиков на фоне интенсивных пиков неравновесного излучения.

Таким образом, в ходе проведенного исследования измерены спектры свечения поверхности чистых металлов (W, Zr, α -Fe, Al) и сплава 1424 в процессе облучения ионами аргона с энергиями 5-20 кэВ. На основе анализа этих спектров сделан вывод о тепловой природе непрерывных полос свечения этих металлов и получены аргументы в пользу модели формирования *термических пиков* в области плотных каскадов атомных столкновений линейными размерами от нескольких единиц до нескольких десятков нанометров с временем термализации $\sim 10^{-10}$ и временем жизни $\sim 10^{-11}$ с.

Сопоставление температуры пиков с результатами расчета методом TRIM свидетельствует как о качественном согласии абсолютных значений температур термических пиков, так и о наличии тенденции к уменьшению температуры пиков с ростом энергии иона. Несколько более слабая зависимость экспериментальных значений

температуры пиков от энергии ионов аргона по сравнению с результатами расчета, вероятно, связана с более интенсивным охлаждением каскадов малого размера при низких энергиях ионов.

Выводы

1. Предложен метод экспериментального определения параметров энерговыделения в плотных каскадах атомных смещений, основанный на измерении и последующем анализе спектральной плотности свечения поверхности облучаемых ускоренными ионами металлических мишеней. В основе метода лежит измерение плотности энергетической светимости в ходе ионной бомбардировки с использованием спектрофотометра ОС-12 и аппроксимация экспериментальных зависимостей планковскими функциями спектральной плотности, отвечающими: 1) областям термических пиков и 2) объему интегрально разогретых в ходе облучения мишеней.

2. Экспериментально определены параметры энерговыделения в областях плотных каскадов атомных смещений в чистых металлах и сплаве 1424, достигающие 0,3-0,5 эВ/ат. Соответствующие оценки температуры термализованных каскадных областей составляют 3300-5800 К. Быстрый разогрев этих областей (за время $\sim 10^{-12}$ с) до установленных экспериментально температур объясняет природу предсказанного теорией механизма эмиссии этими областями послекаскадных ударных волн, способных перестраивать метастабильные среды.

3. С использованием оцененных значений температуры термических пиков рассчитаны значения давления (их нижний предел) в каскадных областях, которые при определенных энергиях превышают не только реальный, но и теоретический предел текучести изученных металлов. Эти давления (от 4.5 до 10 ГПа и более) соответствуют предельному уровню напряжений на фронте послекаскадных ударных волн. Волны такой интенсивности способны осуществить массоперенос (альтернативный диффузионному массопереносу) и инициировать самораспространяющиеся структурно-фазовые превращения в метастабильных средах.

4. ИЗУЧЕНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ИОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ СПЛАВОВ ВД1 И Д16 СИСТЕМЫ Al-Cu-Mg (С ДОБАВКАМИ Mn)

4.1. Результаты исследования воздействия ионно-лучевой обработки на структуру и свойства холоднодеформированного сплава ВД1

В данном разделе приведены результаты изучения особенностей влияния ускоренных ионов Ar^+ средних энергий на процессы перестройки структуры и фазового состава алюминиевого сплава ВД1 после холодной деформации.

Результаты испытаний на одноосное растяжение облученных образцов сплава ВД1 приведены в табл. 4.1.

Таблица 4.1. Результаты механических испытаний нагартованных образцов сплава ВД1 после различных режимов облучения непрерывными пучками ионов Ar^+

№	Вид обработки					Механические свойства**		
						σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
1	Холодная деформация ($\epsilon = 60\%$)					249	241	5,8
2	Промежуточный отжиг ($T = 400\text{ }^\circ\text{C}$, 2 ч)					187	64	25
	Облучение ионами Ar^+ с параметрами:							
	E, кэВ	j, мкА/см ²	D, см ⁻²	T, $^\circ\text{C}^*$	t, с			
1	20	150	10^{15}	40	1	247	237	7,6
2			10^{16}	60	10,7	240	231	8
3			$5,6 \cdot 10^{16}$	220	60	222	187	10,5
4			10^{17}	260	107	264	144	19
5			$7,5 \cdot 10^{17}$	440	800	180	70	24
6	40	200	$2,5 \cdot 10^{15}$	80	2	249	236	8
7			$1,2 \cdot 10^{17}$	240	98	200	81	23
8			$1,7 \cdot 10^{17}$	300	136	211	148	14
9			$1,9 \cdot 10^{17}$	450	153	320	186	18,3
10		400	$2,5 \cdot 10^{15}$	120	1	212	173	12
11			$5 \cdot 10^{16}$	240	20	209	163	13

Примечание: *Указана максимальная температура, до которой образец непрерывно нагревался в ходе облучения в течение указанного времени (без выдержки).

**Статистическая ошибка измерений для σ_b и $\sigma_{0,2}$ составила 3 %, для δ – 5 %.

Испытания на одноосное растяжение облученных образцов сплава ВД1 свидетельствуют о том, что при *низком* флюенсе облучения $\Phi = (10^{15} - 10^{16}) \text{ см}^{-2}$ независимо от комбинации значений энергии и плотности ионного тока ($E = 20\text{-}40 \text{ кэВ}$, $j = 150\text{-}400 \text{ мкА/см}^2$), не происходит каких-либо существенных изменений механических свойств образцов.

На рис. 4.1 приведена зависимость механических свойств сплава ВД1 от флюенса облучения ионами Ar^+ , полученная при энергии ионов $E = 20 \text{ кэВ}$, плотности ионного тока $j = 150 \text{ мкА/см}^2$. Видно, что при малых флюенсах предел прочности σ_b и предел текучести $\sigma_{0,2}$ в пределах погрешности не изменяются по сравнению с исходным холоднодеформированным состоянием, в то же время относительное удлинение δ немного возрастает (до 8 %); в исходном состоянии $\delta = 6 \%$ (см. рис. 4.1).

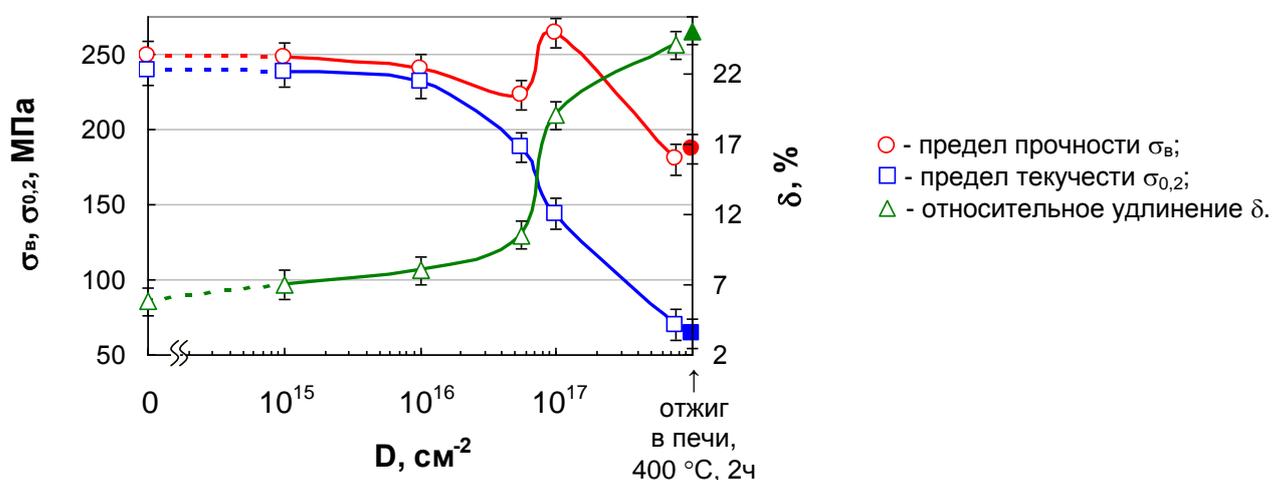


Рис. 4.1. Зависимость предела прочности σ_b , предела текучести $\sigma_{0,2}$ и относительного удлинения δ сплава ВД1 от флюенса ионов Ar^+ ($E = 20 \text{ кэВ}$, $j = 150 \text{ мкА/см}^2$)

Начиная с $\Phi \sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ наблюдается более существенное изменение механических свойств сплава ВД1. При определенных режимах удается получить значительное разупрочнение сплава, аналогичное разупрочнению после промежуточного отжига в печи ($T = 400 \text{ °С}$, $t = 2 \text{ ч}$), используемого для снятия нагартовки в ходе прокатки. Так после облучения в режиме $E = 20 \text{ кэВ}$, $j = 150 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 7,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ σ_b снижается до 180 МПа, предел текучести $\sigma_{0,2}$ - до 70 МПа, относительное удлинение δ повышается до 24%, что очень близко к свойствам отожженных образцов: $\sigma_b = 187 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2} = 64 \text{ МПа}$, $\delta = 25\%$.

В области повышенного флюенса ($\geq 10^{17} \text{ см}^{-2}$) обнаружен интервал немонотонного изменения механических свойств. При некоторых режимах обработки наблюдается рост предела прочности до значений, превышающих исходные. Например, после облучения в режиме: $E = 20 \text{ кэВ}$, $j = 150 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 10^{17} \text{ см}^{-2}$ предел прочности σ_b достигает значения 264 МПа, а после облучения в режиме: $E = 40 \text{ кэВ}$, $j = 200 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 1,9 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ $\sigma_b = 320 \text{ МПа}$. Полученные значения предел прочности превышают его значение в исходном состоянии (в исходном холоднодеформированном состоянии $\sigma_b = 249 \text{ МПа}$, рис. 4.1).

Результаты металлографического и электронно-микроскопических исследований показали, что изменение механических свойств сплавов в процессе имплантации полностью коррелирует с эволюцией их структурно-фазового состояния.

По данным металлографического анализа в исходном холоднодеформированном состоянии в сплаве наблюдается строчечная структура, свидетельствующая о наличии тонких вытянутых зерен (рис. 4.2, а).

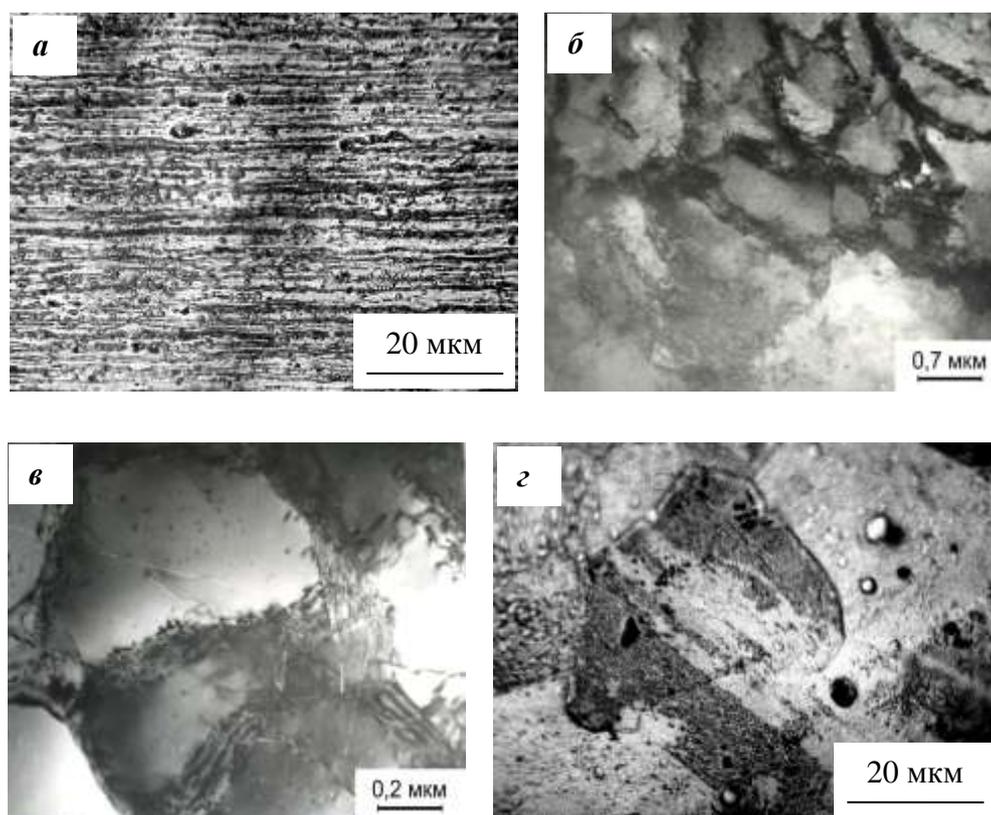


Рис. 4.2. Микроструктура сплава ВД1: а, б – в исходном холоднодеформированном состоянии; в – после отжига ($T = 250 \text{ }^\circ\text{C}$, 2 ч); г- после отжига ($T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$, 2 ч).

Электронно-микроскопическое исследование показало, что для холоднодеформированного сплава характерна дислокационная ячеистая структура (рис.

4.2 б). Границами ячеек являются плотные сплетения дислокаций, что обеспечивает высокие прочностные свойства сплава. Диаметр ячеек колеблется в пределах от 0,5 до 2 мкм.

После отжига ($T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$, 2 ч) в сплаве ВД1 образуется практически однородная субзеренная структура со средним диаметром субзерен 0,5 - 2 мкм (рис. 4.2 в). Границами субзерен являются преимущественно плотные стенки дислокаций. В ходе промежуточного отжига при температуре $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 часов, применяемого, как правило, в ходе холодной прокатки сплава ВД1, в сплаве формируется крупнокристаллическая зеренная структура с размером рекристаллизованных равноосных зерен размером 30-40 мкм (по данным металлографического анализа, см. рис. 4.2, г).

После облучения холоднотемпературного сплава ВД1 низкими флюенсами ионов Ag^+ $\Phi = 10^{15}\text{ см}^{-2}$ (время облучения $\sim 1\text{ с}$) и 10^{16} см^{-2} (время облучения 8 с) в сечении образца, параллельном облученной поверхности, на расстоянии $\sim 150\text{ мкм}$ от нее обнаружена развитая субзеренная структура (рис. 4.3). Субзерна имеют преимущественно равноосную форму. Их средний диаметр составляет 0,5-1,5 мкм при флюенсе облучения 10^{15} см^{-2} и 1-2 мкм – при 10^{16} см^{-2} . Границы субзерен имеют характерный полосчатый контраст, свойственный границам наклона. Отдельные дислокации в границах не разрешаются. Это косвенно указывает на то, что угол разориентации субзерен составляет не менее 10° . Незначительное количество дислокаций сохраняется только в отдельных субзернах. Приведенные факты показывают, что под действием облучения низкими флюенсами ионов Ag^+ в сплаве образуется структура типа полигональной. Признаков распада п твердого раствора с образованием упрочняющих фаз не обнаружено.

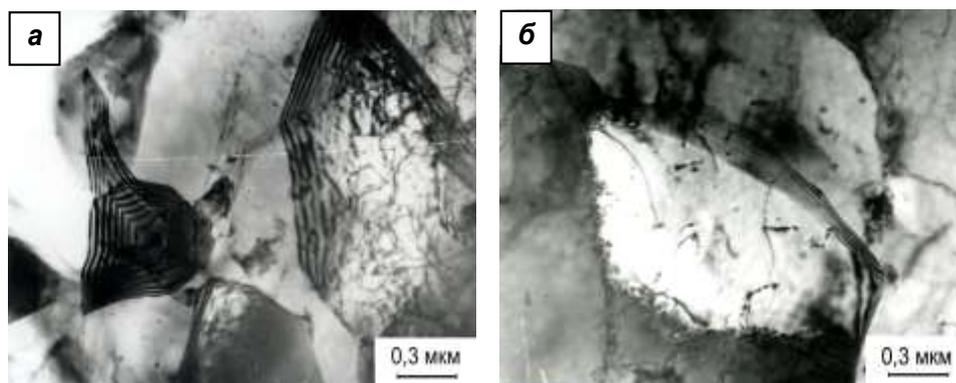


Рис. 4.3. Субзеренная структура сплава ВД1 после облучения низкими флюенсами ионов Ag^+ : а – $E = 20\text{ кэВ}$, $j = 150\text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 10^{15}\text{ см}^{-2}$, $T < 40\text{ }^{\circ}\text{C}$; б – $E = 40\text{ кэВ}$, $j = 200\text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 10^{16}\text{ см}^{-2}$, $T < 130\text{ }^{\circ}\text{C}$. Сечение образца, параллельное облученной поверхности, на расстоянии $\sim 150\text{ мкм}$ от нее.

На рис. 4.4 а представлено светлопольное изображение поперечного сечения холоднодеформированного образца. В этом сечении обнаружены полосы скольжения шириной менее 1 мкм. В полосах присутствуют хаотично распределенные сплетения дислокаций. Анализ поперечного сечения образца, облученного до $\Phi = 10^{16}$ см⁻², показал, что в областях, прилегающих к облученной поверхности (рис. 4.4 б), наблюдаются совершенные свободные от дислокаций субзерна. В этом сечении они имеют вытянутую форму. При перемещении вглубь образца увеличивается разброс субзерен по размерам (рис. 4.4 в). Со стороны, противоположной облученной поверхности, также образуется субзеренная структура, но субзерна менее совершенны; внутри них замечены скопления дислокаций (рис. 4.4 г).

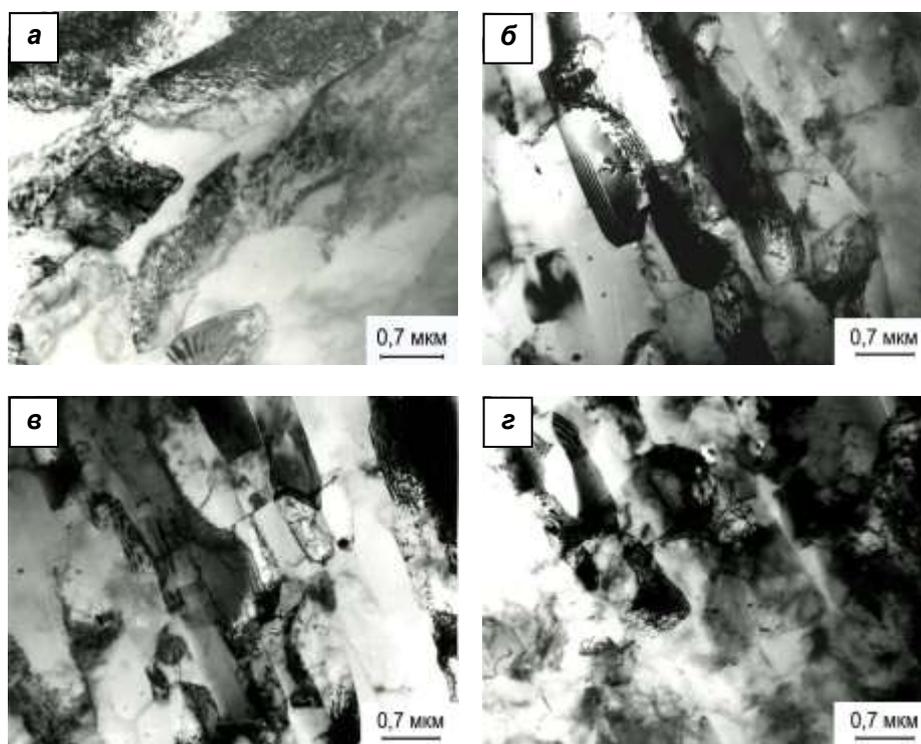


Рис. 4.4. Микроструктура сплава ВД1 в поперечном сечении: а - исходное холоднодеформированное состояние; б-г – после облучения ионами Ag⁺, $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 10^{16}$ см⁻² (б – вблизи облученной поверхности; в – центральная часть; г – вблизи необлученной поверхности).

Таким образом, результаты исследования структурного состояния сплава, облученного $\Phi = 10^{16}$ см⁻², в поперечном сечении образца указывают на то, что структурные изменения под действием облучения произошли практически во всем объеме образца, при том, что проективный пробег ионов Ag⁺ с энергией 20-40 кэВ в алюминиевом

сплаве ВД1 составляет, согласно расчету методом TRIM, всего лишь 40 нм. Правда, чем дальше от облученной поверхности, тем менее совершенна субзеренная структура.

Продолжительность облучения в режиме $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 10^{16}$ см⁻² составляет 8 с. За это время образцы были нагреты пучком до температуры всего лишь 130 °С. С целью сравнения был воспроизведен нагрев холоднодеформированного образца в печи до той же температуры и с той же скоростью (за 8 с), что и в ходе имплантации. Электронно-микроскопическое исследование показало, что структура сплава после нагрева в печи, неоднородна (рис. 4.5). В одних участках образца практически полностью сохранилась ячеистая структура, свойственная ему в деформированном состоянии (рис. 4.5 а). В других участках наблюдается образование редких субзерен на фоне ячеистой структуры (рис. 4.5 б).

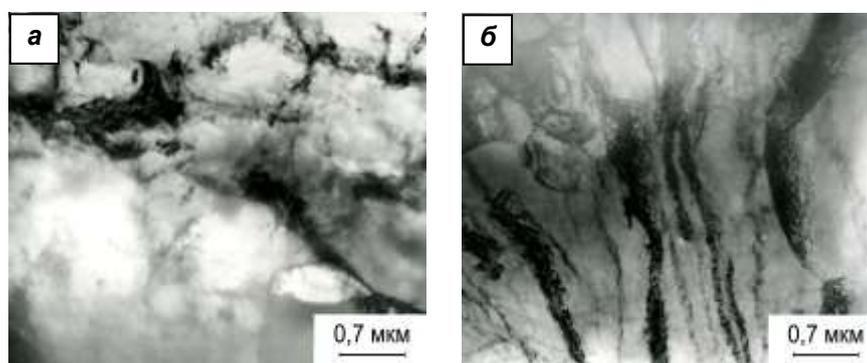


Рис. 4.5. Микроструктура сплава ВД1 после кратковременного нагрева в печи до $T = 130$ °С (а и б - произвольные участки образца).

Таким образом, кратковременный нагрев в печи, имитирующий температурный режим в ходе облучения, не оказал существенного влияния на структурное состояние деформированного сплава и не привел к образованию в нем субзеренной структуры. Это убедительно свидетельствует о наличии нетепловой составляющей воздействия бомбардирующих ионов на структуру сплава ВД1.

Облучение сплава ВД1 пучком ионов Ag^+ более высоким флюенсом $\Phi = 10^{17}$ см⁻², привело к формированию в сплаве крупнокристаллической структуры с размером зерен более 10 мкм (рис. 4.6 а). Фрагменты зерен, разделенных прямолинейной большеугловой границей, приведены на рис. 4.6 б. В результате такого облучения изменилась *не только дислокационная* структура, но и *фазовый состав* сплава: представленные темнопольные изображения свидетельствуют о высокой плотности равноосных *выделений* внутри зерен. В результате расчета электронограмм установлено, что в облученном сплаве присутствуют выделения частиц $\theta'(\theta'')$ -фазы состава $CuAl_2$. Распределение частиц фазы

$\theta'(\theta'')$ внутри зерна представлено на темнопольном изображении в рефлексе фазы (рис. 4.6 б). Наблюдается высокая плотность распределенных равномерно частиц в форме плоских дисков диаметром 10-20 нм.

Таким образом, можно заключить, что при облучении повышенными флюенсами ионов Ag^+ в сплаве наряду с процессами рекристаллизации происходит также распад твердого раствора с выделением дисперсных наноразмерных частиц $\theta'(\theta'')$ -фазы. Это объясняет немонотонный характер изменения предела прочности σ_B сплава (рис. 4.1). При этом резкое повышение относительного удлинения δ и снижение величины предела текучести $\sigma_{0,2}$, несмотря на высокую плотность равномерно распределенных выделений, можно объяснить интенсивным ростом зерна.

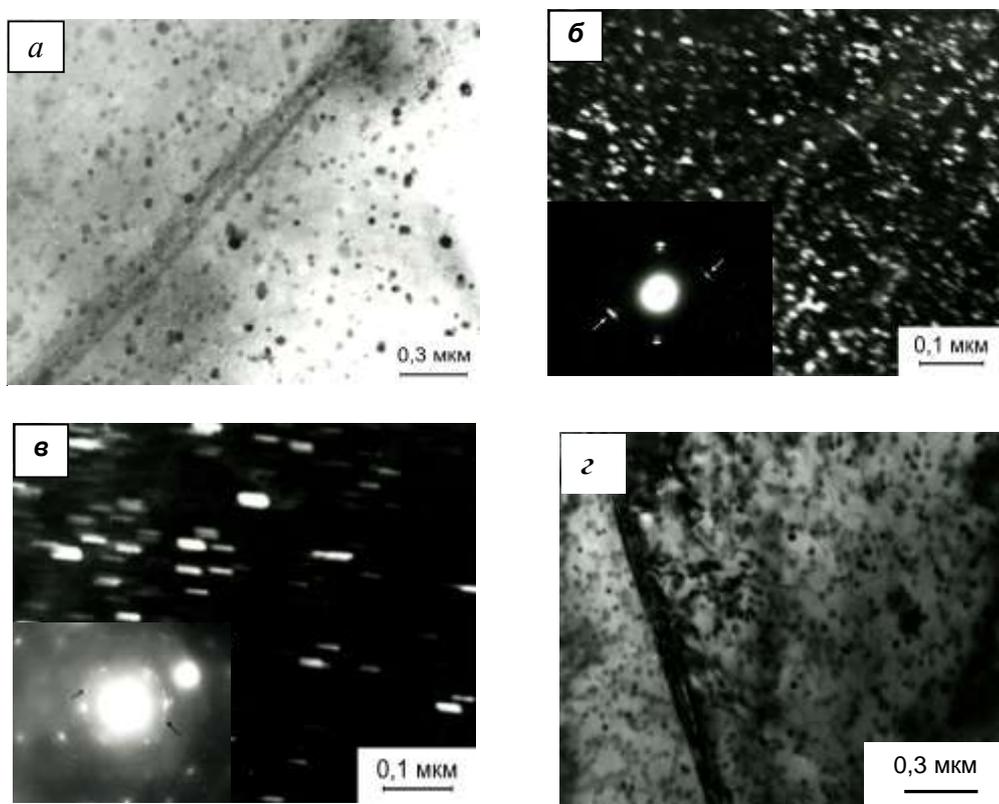


Рис. 4.6. Микроструктура сплава ВД1 после облучения ионами Ag^+ , $E = 20$ кэВ, $j = 150$ мкА/см²: а, б - $\Phi = 10^{17}$ см⁻²; в - $\Phi = 7,5 \cdot 10^{17}$ см⁻²; а- в - сечение образца, параллельное облученной поверхности, на расстоянии ~ 150 мкм от нее; г – поперечное сечение вблизи необлученной поверхности: а, г - изображение фрагментов зерен; б, в – темнопольные изображения частиц $\theta'(\theta'')$ -фазы и соответствующие электронограммы, отмечены рефлексы фазы $\theta'(\theta'')$.

После облучения еще более высоким флюенсом $\Phi = 7,5 \cdot 10^{17}$ см⁻² в сплаве также наблюдается крупнокристаллическая структура. Сравнение плотности большеугловых

границ зерна в сравнении с их плотностью, наблюдаемой после облучения $\Phi = 10^{17} \text{ см}^{-2}$, позволяет заключить, что возрастание флюенса приводит к уменьшению плотности этих границ, т.е. к укрупнению зерна.

Установлено также, что с повышением флюенса увеличился до 50 нм диаметр основной упрочняющей фазы $\theta'(\theta'')$ (рис. 4.6 в). Одновременно с этим наблюдается уменьшение плотности распределения этой фазы более чем в 3 раза. Это хорошо видно из сравнения рис. 4.6 б и рис. 4.6 в.

Результаты измерения механических свойств показали, что возрастание флюенса от $1 \cdot 10^{17}$ до $7,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к существенному снижению предела прочности, дальнейшему снижению предела текучести при некотором повышении относительного удлинения. Сопоставление структурных изменений со свойствами сплава позволяет заключить, что различие свойств связано, главным образом, с уменьшением объемной плотности и возрастанием размеров основной упрочняющей фазы $\theta'(\theta'')$.

Исследование поперечного сечения образцов (см. рис. 4.4 и рис. 4.6 г) показало, что изменение структурно-фазового состояния и свойств сплава ВД1 при облучении ионами Ag^+ происходит во всем объеме образцов (толщиной 2 мм).

Таким образом, установлено, что при низких флюенсах облучения $10^{15} - 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (время облучения ~ 1 и 10 с) прочностные характеристики сплава ВД1 не изменяются (при том, что относительное удлинение увеличивается в 1,3 раза). Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что это связано с трансформацией исходной ячеистой дислокационной структуры в развитую субзеренную структуру.

Показано, что при увеличении флюенса свыше $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ сначала наблюдается разупрочнение сплава ВД1, а затем, вблизи $\Phi = 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, рост предела прочности до значений, превышающих исходные, при сохранении высоких пластических характеристик. Методом электронной микроскопии установлено, что такое немонотонное изменение предела прочности связано с протеканием двух конкурирующих процессов: рекристаллизации с формированием однородной крупнокристаллической структуры (со средним размером зерна более 10 мкм) и распада пересыщенного твердого раствора с выделением дисперсных наноразмерных частиц $\theta'(\theta'')$ -фазы (CuAl_2).

Электронно-микроскопическое исследование параллельного и перпендикулярного облучаемой поверхности сечений образцов показало, что структурные изменения в ходе ионной бомбардировки протекают с высокой скоростью (в течение нескольких секунд облучения) во всем объеме образца толщиной 2 мм. Это более, чем в 10^4 раз превышает проективные пробеги ионов Ag^+ в исследованном сплаве.

Установлено, что *кратковременный нагрев* нагартованного образца сплава ВД1 в печи, имитирующий температурный режим разогрева аналогичного образца в ходе ионного облучения, существенно *не влияет* на его структуру, не приводя к трансформации ячеистой дислокационной структуры в субзеренную, как это происходит в ходе ионной имплантации. Это является прямым доказательством наличия *нетепловой составляющей* воздействия пучков ускоренных ионов на структурное состояние сплава ВД1, подвергнутого интенсивной холодной деформации. При высоких флюенсах облучения, когда разогрев образцов становится значительным, термостимулированные процессы начинают, безусловно, также играть существенную роль, накладываясь на процессы, инициируемые облучением.

4.2. Исследование воздействия ионно-лучевой обработки на структуру и свойства холоднодеформированного сплава Д16

4.2.1. Испытания механических свойств холоднодеформированных, термообработанных и облученных полос сплава Д16

В этом разделе приведены экспериментальные данные, относящиеся к воздействию различных режимов ионного облучения на перемещаемые под пучком ионов аргона холоднодеформированные полосы алюминиевого сплава Д16.

Результаты механических испытаний исходных (холоднодеформированных), а также термообработанных и облученных в различных режимах полос сплава Д16 приведены в табл. 4.2.

Таблица 4.2. Механические свойства листов сплава Д16 толщиной 3,0 мм после различных обработок

Вид обработки	Механические свойства		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Холодная прокатка (Н)	276	255	4,0
Закалка в лабораторных условиях (Т)	424	267	18,2
Отжиг (М)	196	80	18,8
Н + облучение по режиму: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см ² , $\Phi = 5 \cdot 10^{16}$ ион/см ² (<350°С)	243	219	9,1
Н + облучение по режиму: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см ² , $\Phi = 7.2 \cdot 10^{16}$ ион/см ² (< 400°С)	283	141	19,0
Н + облучение по режиму: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см ² , $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ ион/см ² (< 450°С)	368	212	18,3
Н + облучение по режиму: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см ² , $\Phi = 2 \cdot 10^{17}$ ион/см ² (< 450°С)	277	135	8,5

Результаты механических испытаний свидетельствуют о том, что облучение ионами Ag^+ холоднодеформированного сплава Д16 с использованием режимов, указанных в табл. 4.2, приводит к изменениям его механических свойств. При флюенсе облучения $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² наблюдается некоторое снижение прочностных характеристик и увеличение, в 2 раза, относительного удлинения. Увеличение флюенса облучения до $\Phi = 7.2 \cdot 10^{16}$ ион/см² приводит к существенному возрастанию относительного удлинения (в 4,5 раза) при некотором снижении по сравнению с исходным (холоднодеформированным) состоянием

предела текучести. При этом предел прочности значительно (на 100 МПа) возрастает. Таким образом, при облучении по режиму: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см², $\Phi = 7,2 \cdot 10^{16}$ ион/см² ($< 350^\circ\text{C}$), получаемый уровень свойств по пределу текучести и относительному удлинению соответствует *отожженному* состоянию данного сплава, однако значения предела прочности соответствуют холоднодеформированному состоянию.

Из табл. 4.2 видно, что свойства сплава Д16 после его облучения $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ см⁻² близки по свойствам (пределу текучести и относительному удлинению), приобретаемым этим сплавом *после закалки*. Однако предел прочности составляет ~ 368 МПа, в то время как после закалки – 424 МПа.

Дальнейшее увеличение флюенса облучения до $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² приводит снова к ухудшению пластичности сплава: предел прочности на уровне холоднодеформированного состояния – 277 МПа, предел текучести уменьшается до 135 МПа, и относительное удлинение уменьшается с 18 % до 8,5%.

4.2.2. Результаты металлографического и рентгеноструктурного анализа сплава Д16 после различных обработок

В разделе приведены данные металлографического и рентгеноструктурного исследования структуры холоднокатаных листов сплава Д16 в исходном нагартованном состоянии, а также после облучения нагартованных образцов ионами Ar^+ в различных режимах. Представлены результаты сравнения ионно-лучевого воздействия с результатами традиционных видов термической обработки: промежуточного отжига, применяемого в технологии холодной прокатки с целью снятия нагартовки, а также окончательного отжига и закалки.

Подробно изучена зеренная структура исходных, отожженных и облученных образцов (толщиной 3 мм) в центральной части их поперечного сечения.

Данные металлографического анализа образцов *сплава Д16* представлены на рис. 4.7 (изображена центральная часть поперечного сечения образцов). Для микроструктуры сплава Д16 в *исходном состоянии* после холодной пластической деформации характерна строчечная структура, указывающая на наличие вытянутых тонких зерен (рис. 4.7 а).

Облучение ионами Ar^+ холоднодеформированного сплава Д16 флюенсом $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² (при $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см²) не приводит к заметным изменениям его исходной зеренной структуры. С увеличением флюенса облучения до $1 \cdot 10^{17}$ см⁻² во всем объеме образца наблюдается формирование новых рекристаллизованных зерен (рис. 4.7 б). В структуре сплава присутствуют слегка вытянутые зерна длиной 30-40 мкм и поперечным

сечением 8-12 мкм, а также области с равноосными зернами диаметром ~ 10 мкм. Следует отметить, что микроструктура сплава *на облученной* стороне, в центральной части образца и *на необлученной* стороне образца идентична.

Увеличение флюенса облучения до $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ухудшает структуру сплава (рис. 4.7 в). Полученная при указанном флюенсе облучения структура подобна той, которую получают при пережоге этих сплавов в ходе нагрева под закалку [150].

Отжиг под закалку при температуре 495 °С способствует образованию в сплаве зеренной структуры с размером зерен в диапазоне 30-40 мкм (рис. 4.7 г). Видно, что структура, формирующаяся *при облучении* $\Phi = 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ близка к той, которая образуется *в ходе нагрева под закалку*, при этом после ионно-лучевой обработки размер зерна меньше.

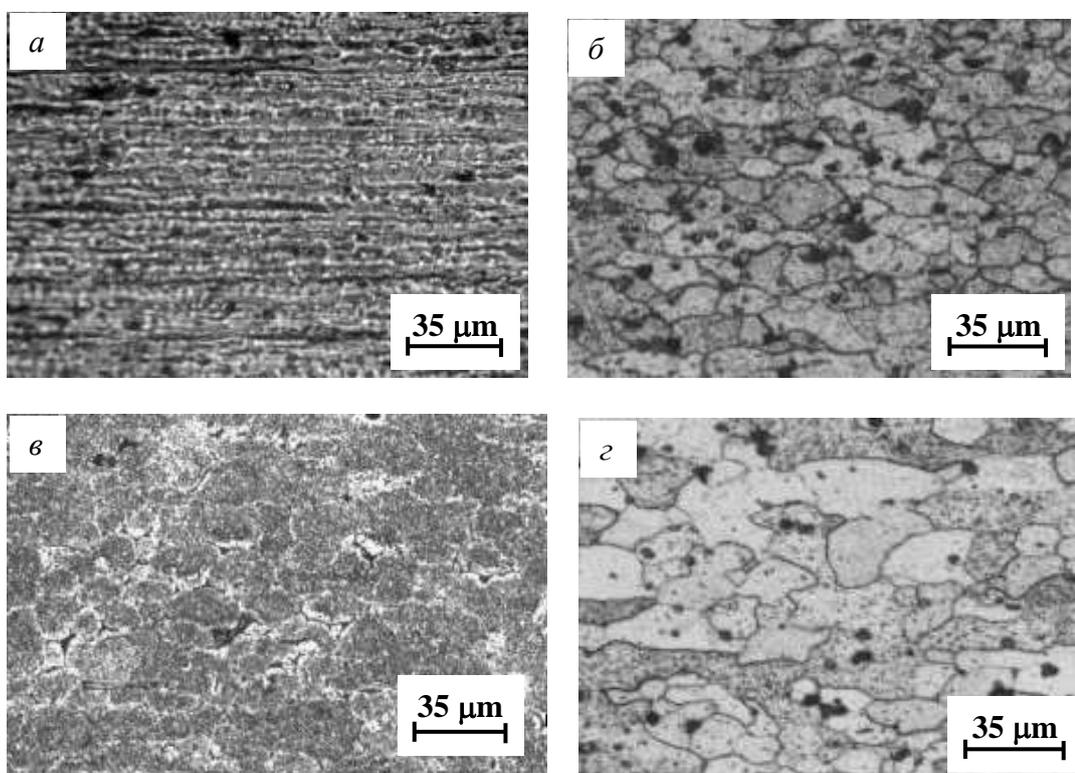


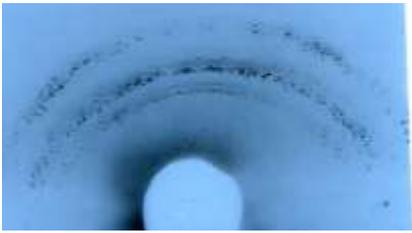
Рис. 4.7. Микроструктура сплава Д16 в исходном холоднодеформированном состоянии (а), после облучения ионами Ar^+ $\Phi = 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (б) и $\Phi = 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (в) и после закалки (г). Центральная часть поперечного сечения образцов.

Таким образом, проведенные исследования воздействия пучков ускоренных ионов Ar^+ на структуру и механические свойства полос промышленного алюминиевого сплава Д16 показали, что кратковременное *облучение* непрерывными пучками ионов с энергией

40 кэВ холоднодеформированного сплава Д16 существенно влияет на структурно-фазовое состояние всего объема листа толщиной 3 мм. При облучении в режиме: $E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ см² удается получить структуру и механические свойства, достаточно близкие к свойствам *закаленного* сплава.

Данные металлографического анализа подтверждаются данными рентгеноструктурного анализа, позволяющего определить, прошла рекристаллизация в сплаве или нет. Результаты исследования образцов сплава Д16 в исходном состоянии, после термообработки и облучения в разных режимах сведены в табл. 4.3.

Таблица 4.3. Результаты рентгеноструктурного анализа сплава Д16 после различных обработок

Изделие, толщина сплав, состояние	Рентгенограмма	Структура
Лист 3,0 мм Д16 нагартованное		полигонизованная
Лист 3,0 мм Д16 закаленное		рекристаллизованная
Лист 3,0 мм Д16 отожженное		рекристаллизованная
Лист 3,0 мм Д16 облученное		рекристаллизованная

4.2.3. Результаты электронно-микроскопического исследования микроструктуры сплава Д16

В данном разделе приводятся результаты электронно-микроскопического исследования сплава Д16 в исходном состоянии (после холодной деформации), а также после облучения ионами флюенсами $5 \cdot 10^{16}$ и 10^{17} ион/см². Кроме того, проведено сравнение ионно-лучевого воздействия с результатами традиционных видов обработки: отжига и закалки.

Исходное холоднодеформированное состояние. После холодной деформации в сплаве Д16 наблюдается неоднородная дислокационная ячеистая структура (рис. 4.8 а), где границами ячеек являются широкие неравномерные сплетения дислокаций. Диаметр ячеек колеблется в пределах 0,5-1,5 мкм. На фоне ячеистой структуры замечены отдельные субзерна. Они отличаются от ячеек более прямолинейными границами с полосчатым контрастом (рис. 4.8 б, в).

В деформированном сплаве присутствуют интерметаллиды $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$ в форме тонких реек, длина которых достигает 0,6 мкм (рис. 4.8 в), идентифицировали их по соответствующим электронограммам (рис. 4.8 г). В процессе вылеживания холоднодеформированного сплава при комнатной температуре произошло естественное старение. Внутри субзерен, находящихся в отражающем положении, хорошо выявляются дисперсные частицы фазы θ'' (рис. 4.8 г), что подтверждается расчетом электронограмм с рефлексами фазы (рис. 4.8 д).

Отожженное состояние. Отжиг деформированного сплава приводит к образованию рекристаллизованной структуры, что подтверждается прямолинейностью фрагментов большеугловых границ зерен (рис. 4.9 а).

Внутри рекристаллизованных зерен наблюдаются равномерно распределенные интерметаллиды $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$ (рис. 4.9 а). Отжиг не изменяет характер распределения и морфологию интерметаллидов по сравнению с состоянием после деформации.

В процессе вылеживания *отожженного сплава* при комнатной температуре произошло его естественное старение – в отдельных зернах выявляется контраст типа “ряби” от дисперсных когерентных матрице выделений θ'' -фазы. Диаметр частиц θ'' колеблется от 10 до 20 нм.

На электронограмме, приведенной на рис. 4.9 б, видны интенсивные точечные рефлексы от интерметаллидов $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$ и слабые диффузные рефлексы,

расположенные вдоль тяжей, параллельных направлению $\langle 001 \rangle_{Al}$. Темнопольные изображения частиц обеих фаз представлены на рис. 4.9 в, г.

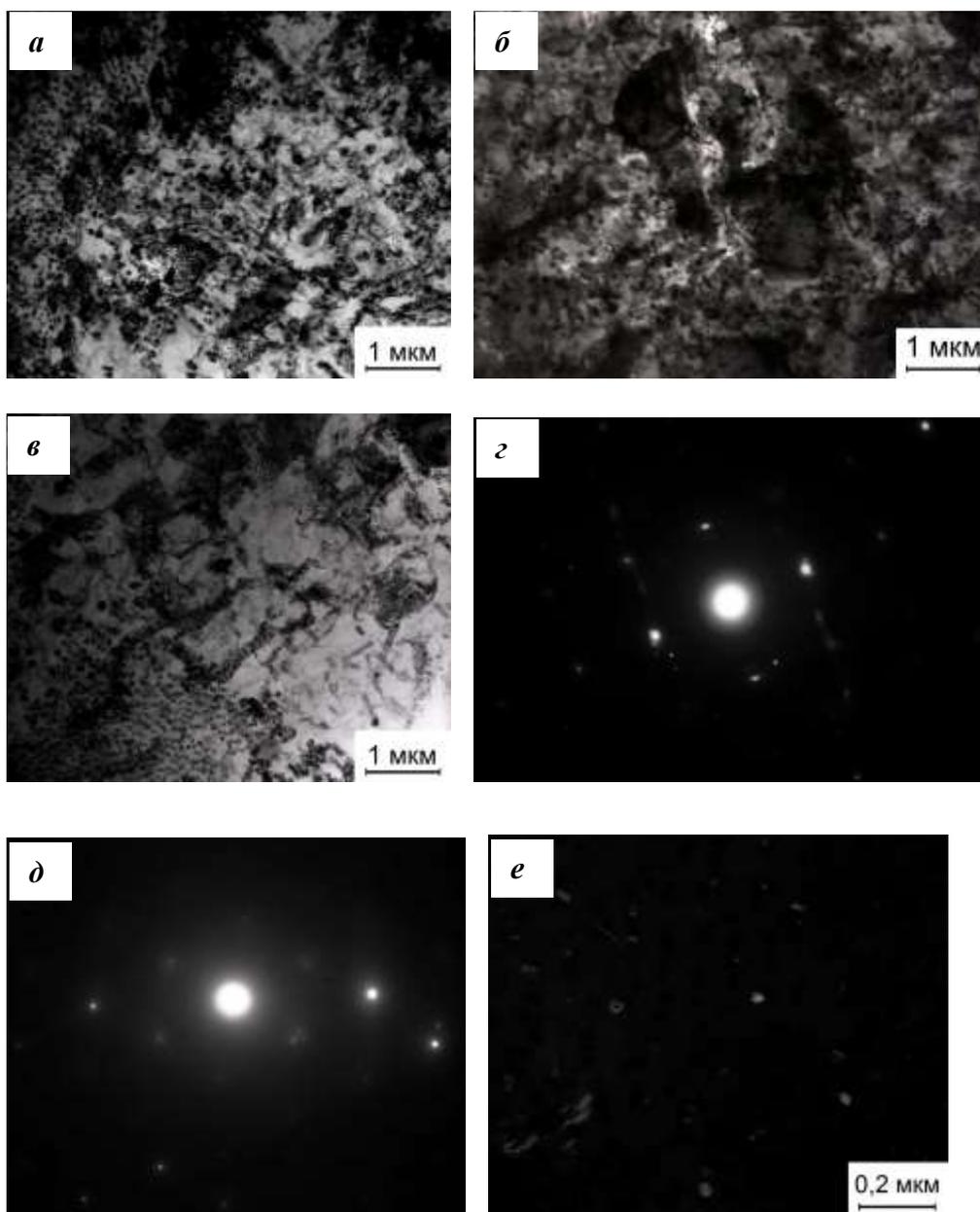


Рис. 4.8. Микроструктура холоднодеформированного сплава Д16: *а-в* – светлопольное изображение дислокационной субструктуры; *г* – электронограмма с рефлексами интерметаллидов $(Cu,Fe,Mn)Al_6$, ось зоны близка $[100]_{Al}$; *д* – электронограмма с рефлексами θ'' - фазы, ось зоны близка $[001]_{Al}$; *е* – темнопольное изображение в рефлексе $(112)_{\theta''}$.

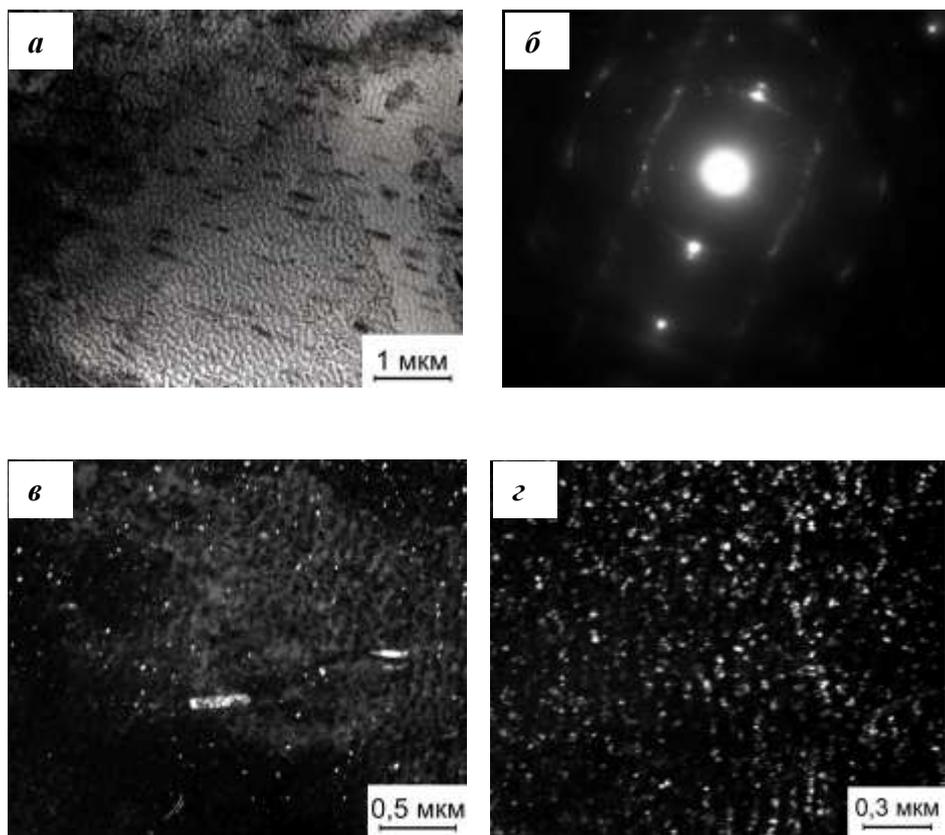


Рис. 4.9. Микроструктура отожженного сплава Д16: а – светлопольное изображение структуры; б – электронограмма с рефlekсами фазы θ'' на тяжах, параллельных $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$, и интерметаллидов $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$, ось зоны близка $[130]_{\text{Al}}$; в – темнопольное изображение в рефлексе $(132)_{(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6}$; г – темнопольное изображение в рефлексе $(120)_{\theta''}$.

После закалки и естественного старения в сплаве Д16 обнаружены интерметаллиды $\text{Al}_6(\text{Cu,Fe,Mn})$ речной формы длиной до 600 нм (рис. 4.10 а) и дисперсные частицы θ'' -фазы диаметром ~ 20 нм, выделившиеся в процессе старения. Темнопольное изображение частиц приведено на рис. 4.10 б.

Полученные результаты подтверждаются данными, приведенными в [167], в которых рассматривается процесс старения в сплавах на основе системы Al-Mg-Cu и отмечается, что в сплавах с большим соотношением процентного содержания Cu:Mg ($\sim 3:1$) выделяются такие же зоны ГП (θ'' - фаза), какие обнаруживаются в бинарных сплавах Al-Cu, но кинетика их образования является измененной из-за присутствия атомов магния.

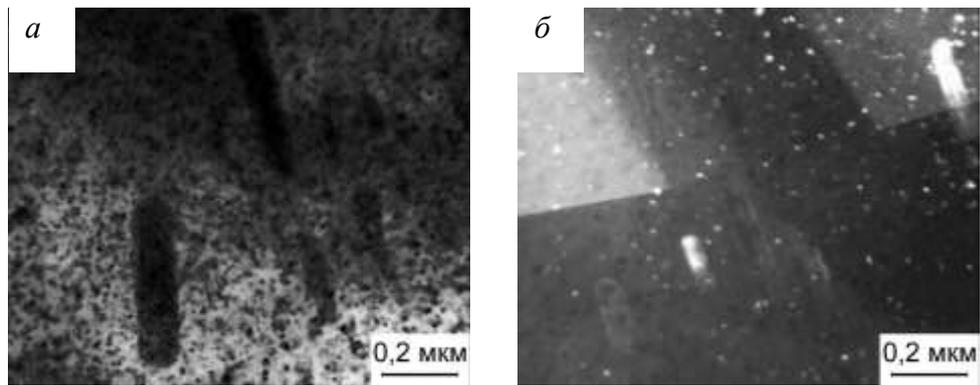


Рис. 4.10. Микроструктура сплава Д16 после закалки и естественного старения: *а* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексах $(311)_{Al_6(Cu,Fe,Mn)} + (200)_{\theta''}$.

После облучения ионами Ar^+ в режиме: $E = 40$ кэВ, $j = \text{мкА/см}^2$, $\Phi = 5 \cdot 10^{16}$ ион/см 2 в сплаве Д16 происходит образование развитой субзеренной структуры (рис. 4.11 а). Субзерна обладают преимущественно равноосной формой. Их диаметр составляет 1-2 мкм. На границах большей части субзерен выявляется полосчатый контраст, свидетельствующий о том, что они относятся к границам наклона. Внутри отдельных субзерен присутствуют неплотные сплетения дислокаций (рис. 4.11 б).

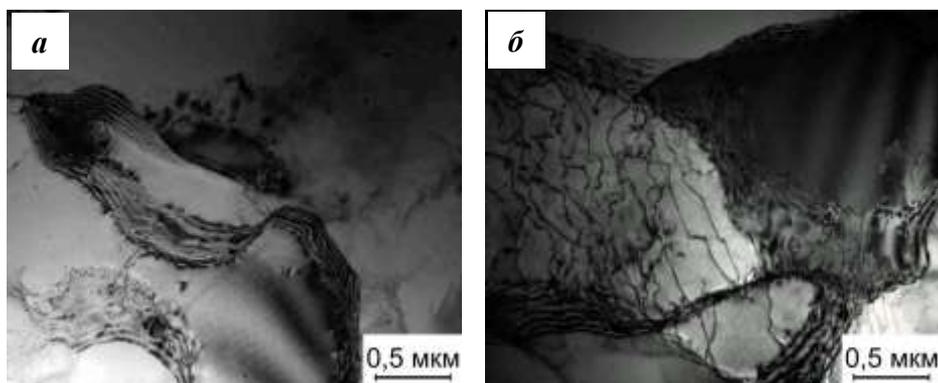


Рис. 4.11. Светлопольные изображения субзеренной структуры сплава Д16 после облучения ионами Ar^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см 2 , $\Phi = 5 \cdot 10^{16}$ ион/см 2); сечение образца, параллельное облученной поверхности, на расстоянии ~ 150 мкм от нее.

Изучение поперечного сечения облученного образца показало, что вблизи *необлученной* поверхности обнаружены равномерно распределенные частицы, имеющие форму плоских дисков диаметром 20 – 30 нм, состав которых близок к составу фазы

$Mg_2Cu_6Al_5$ (рис. 4.12 а). Кроме того, в сплаве присутствуют интерметаллиды $(Cu,Fe,Mn)Al_6$. Это подтверждается наличием на соответствующих электронограммах двух видов рефлексов: интенсивных точечных и слабых диффузных (рис. 4.12 б). Проведенный расчет показал, что первые соответствуют интерметаллидам $(Cu,Fe,Mn)Al_6$, вторые - фазе $Mg_2Cu_6Al_5$. Морфологию и характер распределения интерметаллидов установить не удалось: вследствие высокой плотности частиц $Mg_2Cu_6Al_5$ их контраст на их изображениях “перекрывает” контраст интерметаллидов.

При удалении от необлученной поверхности происходит постепенное *измельчение* продуктов распада пересыщенного твердого раствора – частиц на основе фазы $Mg_2Cu_6Al_5$ (рис. 4.12 в).

Приближение к облученной поверхности способствует дальнейшему измельчению продуктов распада (рис. 4.12 г). Видно, что вблизи этой поверхности сохранились интерметаллиды $(Cu,Fe,Mn)Al_6$, имеющие равноосную или речную форму. Расчет электронограмм указал на то, что частицы, выделившиеся при распаде, сохраняют состав $Mg_2Cu_6Al_5$ (рис. 4.12 д). Темнопольное изображение этих частиц демонстрируется на рис. 4.12 е.

После облучения ионами Ar^+ в режиме: $E = 40$ кэВ, $j = мкА/см^2$, $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ ион/см², в исходно холоднодеформированном сплаве Д16 сформировалась рекристаллизованная структура. О наличии рекристаллизованных зерен свидетельствуют прямолинейные фрагменты большеугловых границ на светлопольных изображениях сплава (рис. 4.13 а). Кроме того, под действием облучения в зернах формируется ячеистая структура (рис. 4.13 б, в).

На приведенных рисунках видно, что ячейки диаметром 0,5-2 мкм имеют равноосную или слегка вытянутую форму с узкими хорошо сформированными границами. Анализ электронограмм, снятых одновременно с нескольких ячеек, указывает на то, что они практически не разориентированы: отсутствует размытие матричных рефлексов, подтверждающее наличие градиента разориентации (рис. 4.13 г). В то же время, в облученном сплаве сохранились небольшие участки, в которых образование ячеистой структуры не завершено полностью (рис. 4.13 д). На рисунке видно, что образовавшиеся ячейки граничат со сплетениями дислокаций. В других участках ячеистая структура вообще не образовалась: на рис. 4.13 е демонстрируется участок образца с клубками дислокаций.

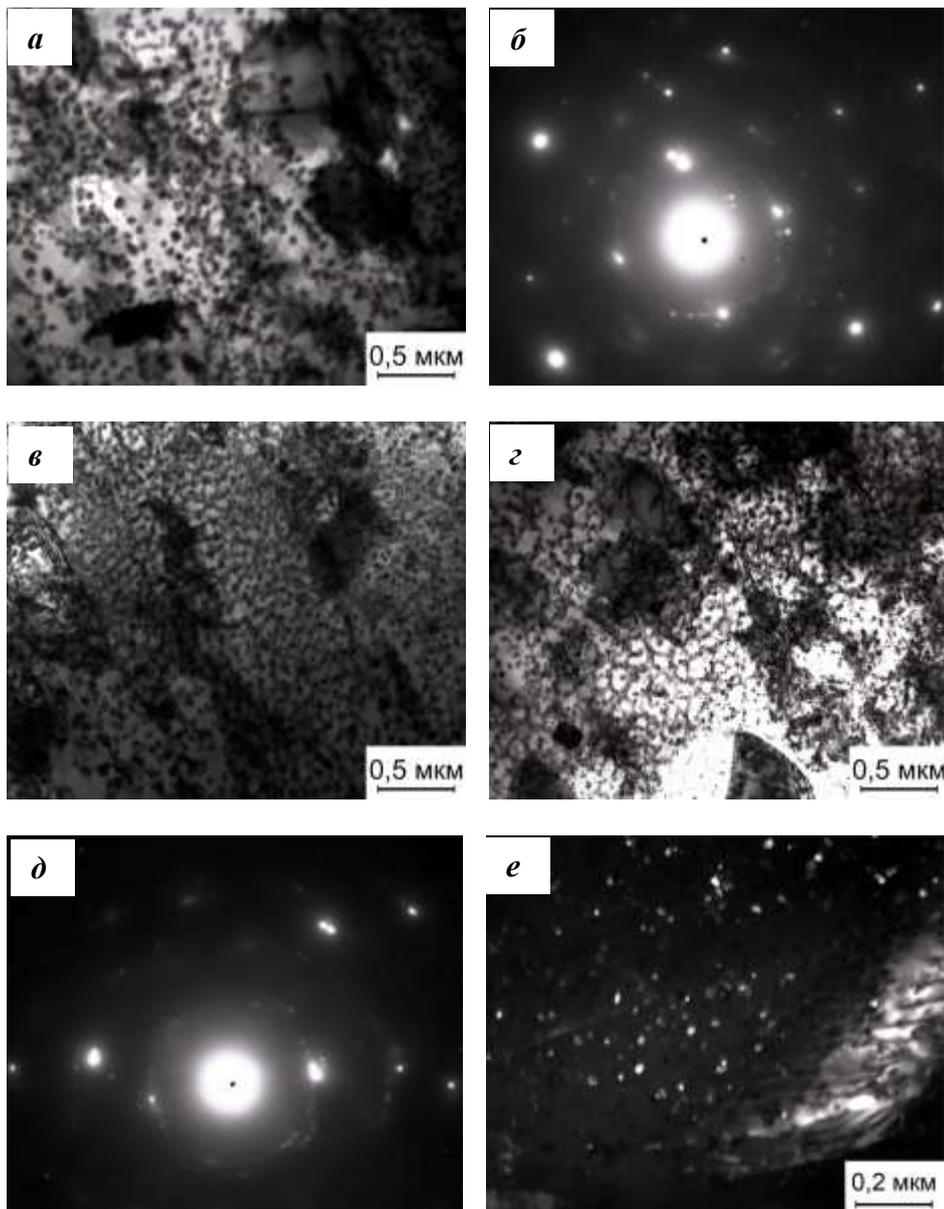


Рис. 4.12. Микроструктура сплава Д16 после облучения ионами Ag^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см², $\Phi = 5 \cdot 10^{16}$ ион/см²); поперечное сечение: а – светлопольное изображение частиц, близких по составу фазе $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$, вблизи необлученной поверхности; б – электронограмма со слабыми рефлексами от фазы $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$ и интенсивными рефлексами от интерметаллидов $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$; в – светлопольные изображения частиц $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$ в центральной части сечения; г - светлопольное изображение частиц $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$ вблизи облученной поверхности; д – электронограмма с рефлексами от фазы $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$ и интерметаллидов $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$; е – темнопольное изображение в рефлексе $(310)_{\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5}$.

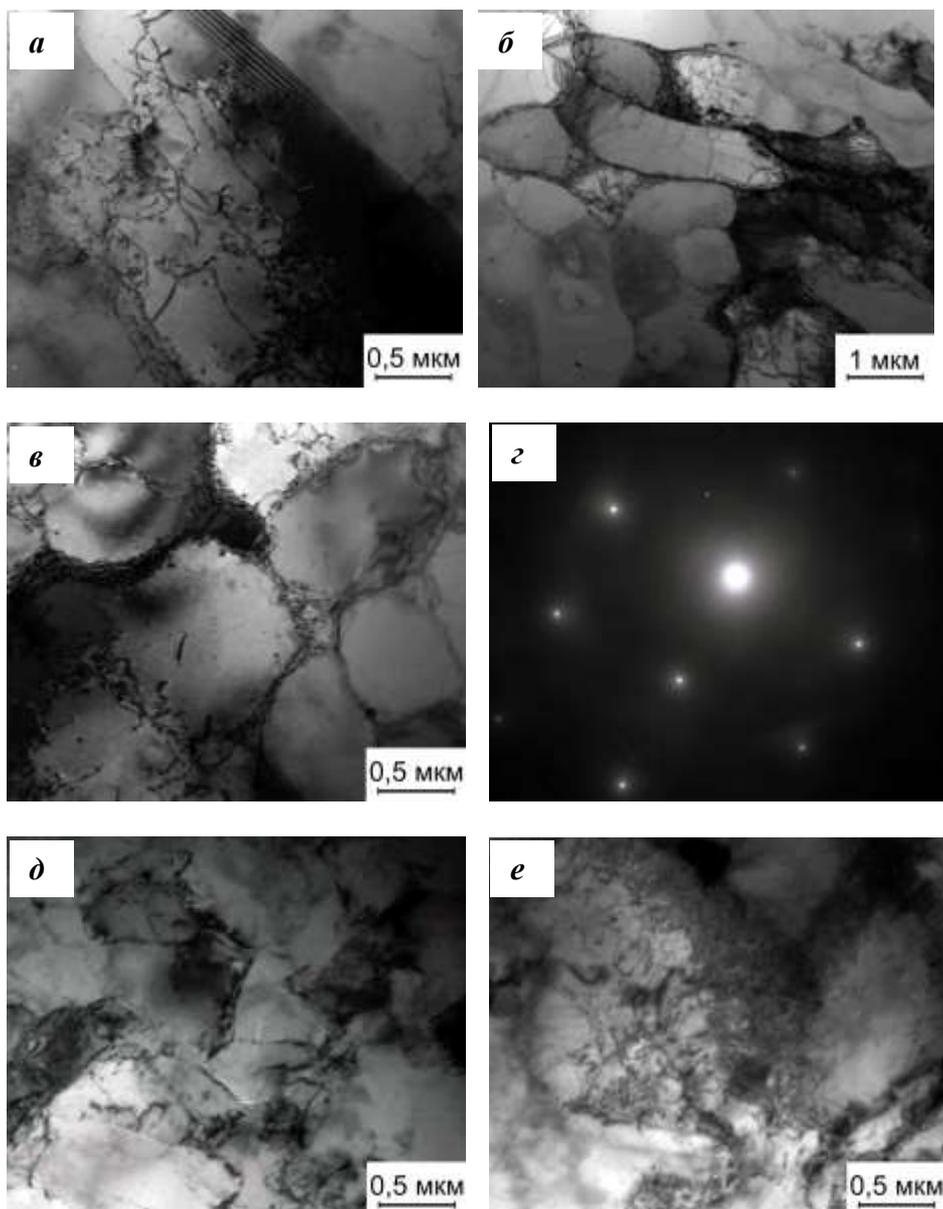


Рис. 4.13. Микроструктура сплава Д16 после облучения ионами Ag^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ ион/см²); сечение образца, параллельное облученной поверхности, на расстоянии ~ 150 мкм от нее: а – светлопольное изображение фрагмента прямолинейных границ зерен; б, в – светлопольные изображения ячеистой структуры; г – электронограмма, ось зоны близка $(332)_{\text{Al}}$; д – светлопольное изображение ячеек, граничащих со сплетениями дислокаций; е – светлопольное изображение клубков дислокаций.

Рекристаллизованная структура после облучения сформировалась во всем объеме образца, что подтверждается присутствием фрагментов прямолинейных границ зерен и в поперечном сечении (рис. 4.14 а). Ячеистая структура в этом сечении не выявляется, в рекристаллизованных зернах наблюдаются только сплетения дислокаций.

В поперечном сечении облученного образца присутствуют интерметаллиды $(\text{Cu,Fe,Mn})\text{Al}_6$. Они равномерно распределены по всему сечению. Под действием облучения произошла частичная трансформация их формы от речной к равноосной. Трансформация обнаружена как вблизи облученной, так и необлученной поверхностей образца (рис. 4.14 б, в).

В исследуемом сечении *обнаружен распад* пересыщенного твердого раствора, о чем свидетельствует деформационный контраст от дисперсных когерентных матрице выделений. Расчет соответствующих электронограмм (рис. 4.14 г) позволил идентифицировать обнаруженные выделения как фазу, имеющую состав близкий фазе $\text{Mg}_2\text{Cu}_6\text{Al}_5$. На границах зерен фаза зарождается в виде протяженных частиц (рис. 4.14 в).

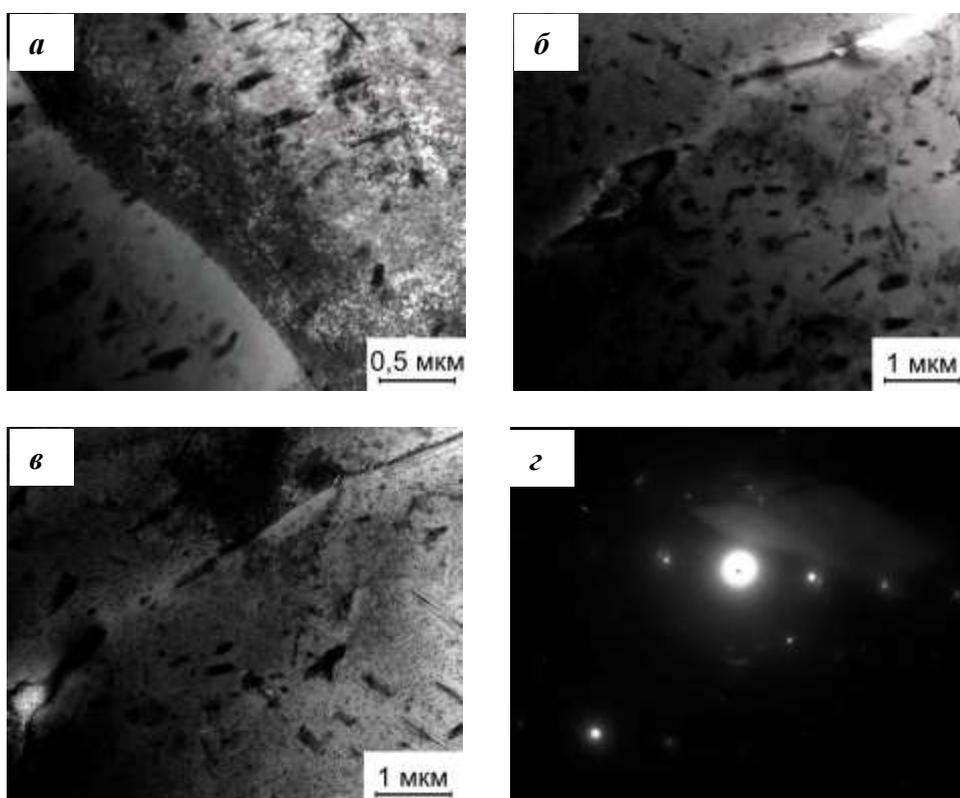


Рис. 4.14. Микроструктура сплава Д16 после облучения ионами Ag^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 500$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ ион/см²); поперечное сечение: а-в - светлопольные изображения сплава вблизи облученной поверхности (а), в центральной части сечения (б) и вблизи необлученной поверхности (в); г - электронограмма, ось зоны близка к $[123]_{\text{Al}}$.

Таким образом, электронно-микроскопическое исследование показало, что в ходе *холодной деформации* в сплаве формируется неоднородная ячеистая структура. Диаметр ячеек составляет 0,5-1,5 мкм, их границами являются широкие неравномерные сплетения

дислокаций. В деформированном сплаве присутствуют интерметаллиды $Al_6(Cu,Fe,Mn)$ в форме тонких реек длиной до 600 нм и дисперсные частицы фазы θ'' , образовавшиеся в процессе вылеживания сплава при комнатной температуре.

Облучение сплава флюенсом $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ приводит к формированию в нем развитой субзеренной структуры. Субзерна обладают преимущественно равноосной формой, их диаметр составляет 1-2 мкм. Кроме того, облучение вызывает *распад* пересыщенного твердого раствора с образованием частиц $Mg_2Cu_6Al_5$, имеющих форму плоских дисков диаметром 20-30 нм по всей толщине образца. Интерметаллиды $Al_6(Cu,Fe,Mn)$ кристаллизационного происхождения после облучения сохраняются.

Увеличение флюенса облучения до $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к формированию рекристаллизованной структуры во всем объеме образца сплава Д16 и к *трансформации* формы интерметаллидов $Al_6(Cu,Fe,Mn)$ от реечной к равноосной, а также к *распаду* твердого раствора во всем объеме образца с выделением частиц фазы $Mg_2Cu_6Al_5$.

Таким образом, установлено, что воздействие пучков ускоренных ионов Ag^+ при флюенсах облучения $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к *существенному изменению* структуры и *фазового состава* полос холоднодеформированного сплава Д16 по всей их толщине ($\sim 3 \text{ мм}$), что в 10^5 раз превышает средний проективный пробег ионов Ag^+ в этом сплаве. Полученные *при облучении* структурно-фазовые состояния *отличаются* от получаемых в результате *отжига* и *закалки* данного сплава по установленным режимам.

Выводы

В ходе проведенных исследований воздействия ионного облучения на сплавы системы Al-Cu-Mg установлены зависимости, описывающие изменение механических свойств исходно холоднодеформированных сплавов с увеличением флюенса облучения для различных сочетаний энергии ионов Ag^+ и плотности ионного тока. Прослежены закономерности соответствующих структурных изменений.

Установлено, что при низких флюенсах облучения $10^{15} - 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (время облучения ~ 1 и 10 с) прочностные характеристики сплава ВД1 не изменяются (при том, что относительное удлинение увеличивается в 1,3 раза). Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что это связано с трансформацией исходной ячеистой дислокационной структуры в развитую субзеренную структуру.

Показано, что при увеличении флюенса свыше $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ сначала наблюдается разупрочнение сплава ВД1, а затем, вблизи $\Phi = 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, рост предела прочности до значений, превышающих исходные (в холоднодеформированном состоянии), при

сохранении высоких пластических характеристик. Методом электронной микроскопии установлено, что такое немонотонное изменение предела прочности связано с протеканием двух конкурирующих процессов: рекристаллизации с формированием однородной крупнокристаллической структуры (со средним размером зерна более 10 мкм) и распада пересыщенного твердого раствора с выделением дисперсных наноразмерных частиц θ' (θ'')-фазы (CuAl_2).

Электронно-микроскопическое исследование параллельного и перпендикулярного облучаемой поверхности сечений образцов показало, что структурные изменения в ходе ионной бомбардировки протекают с высокой скоростью (в течение нескольких секунд облучения) во всем объеме образца толщиной 2 мм. Это более, чем в 10^4 раз превышает проективные пробеги ионов Ar^+ в исследованном сплаве.

Установлено, что кратковременный нагрев нагартованного образца сплава ВД1 в печи, имитирующий температурный режим разогрева аналогичного образца в ходе ионного облучения, существенно не влияет на его структуру, не приводя к трансформации ячеистой дислокационной структуры в субзеренную, как это происходит в ходе ионной имплантации. Это является прямым доказательством наличия нетепловой составляющей воздействия пучков ускоренных ионов на структурное состояние сплава ВД1, исходно подвергнутого интенсивной холодной деформации. При высоких флюенсах облучения, когда разогрев образцов становится значительным, термостимулированные процессы начинают, безусловно, также играть существенную роль, накладываясь на процессы, инициируемые облучением.

Установлено, что в результате воздействия ускоренных ионов Ar^+ на холоднодеформированный сплав Д16 в зависимости от режима облучения можно обеспечить *различные свойства*, а именно: при флюенсах облучения $\sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ увеличивается пластичность сплава (возрастание относительного удлинения в 2 раза). При более высоком флюенсе $\sim 7,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ пластичность сплава увеличивается существенно: относительное удлинение возрастает в 4,5 раза, предел текучести уменьшается на 110 МПа, что аналогично *отожженному* состоянию. Но при этом сохраняются высокими значения предела прочности – на уровне исходного состояния после холодной деформации. При облучении флюенсом $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ формируемые свойства сплава Д16 близки к свойствам *закаленного* состояния (это относится, прежде всего, к пределу текучести и относительному удлинению, предел же прочности несколько ниже, чем у закаленного сплава). Таким образом, удается получить возрастание относительного удлинения (в 4,5 раза), которое сопровождается не снижением, а увеличением предела

прочности на 100 МПа по сравнению с исходным (холоднодеформированным) состоянием.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что воздействие пучков ускоренных ионов Ar^+ при флюенсах облучения $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к существенному изменению *структуры* и *фазового состава* полос исходно холоднодеформированного сплава Д16 по всей их толщине ($\sim 3 \text{ мм}$), которая почти в 10^5 раз, превышает средний проективный пробег ионов Ar^+ в этих сплавах. При $E = 40 \text{ кэВ}$ пробег ионов Ar^+ , согласно расчету методом TRIM, составляет всего лишь $\sim 40 \text{ нм}$.

Облучение флюенсом $\sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ приводит к формированию в рассматриваемом сплаве развитой однородной *субзеренной структуры* с размером субзерен 1-2 мкм (взамен неоднородной ячеистой), происходит *распад твердого раствора* с образованием частиц $Mg_2Cu_6Al_5$, имеющих форму плоских дисков диаметром 20-30 нм по всей толщине образца.

При увеличении *флюенса* облучения до $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ формируется рекристаллизованная структура и происходит *трансформация формы* интерметаллидов $Al_6(Cu,Fe,Mn)$ от реечной к равноосной, а также распад твердого раствора во всем объеме образца с выделением частиц фазы $Mg_2Cu_6Al_5$. Полученные при облучении структурно-фазовые состояния отличаются от получаемых в результате отжига и закалки данного сплава по традиционным режимам.

5. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1424 С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАДИАЦИОННОГО ОТЖИГА ПУЧКАМИ УСКОРЕННЫХ ИОНОВ АРГОНА

Как уже было отмечено в главе 1, сплав 1424 системы Al-Mg-Li-Zn с трудом поддается промежуточному печному отжигу между операциями холодной прокатки с целью восстановления его пластичности. Это связано с предрасположенностью данного сплава к протеканию в нем, наряду с рекристаллизацией, процессов старения, очень чувствительного к небольшим изменениям режима отжига, что в итоге не позволяет производить рулонный отжиг и рулонную прокатку сплава. На производстве для разупрочнения холоднокатаных полос сплава 1424 осуществляются трудоемкие технологические операции их полистной обработки в селитровой ванне (аналогичные нагреву под закалку).

В связи с этим представляется целесообразным исследовать возможность использования процесса многократно ускоренного радиационного отжига алюминиевых сплавов, обнаруженного в работах [9, 10, 104, 116], для восстановления пластичности сплава 1424 после холодной прокатки.

В этой главе представлены результаты металлографического, электронно-микроскопического исследования и данные механических испытаний образцов алюминиевого сплава 1424 после холодной деформации, а также после облучения ионами Ar^+ с энергией 40 кэВ при вариации плотности ионного тока и флюенса.

Проведено сравнение структурного состояния образцов после *радиационного* и *чисто термического* (в отсутствие облучения) *отжига* сплава 1424 (при точном воспроизведении режима разогрева и охлаждения образцов ионным пучком) с целью доказательства решающей роли динамической (нетепловой) составляющей воздействия в ходе радиационного отжига.

Приведены результаты исследования структуры сплава 1424 после его холодной прокатки от толщины 7.3 до 1.2 мм с использованием промежуточных радиационных отжигов.

5.1. Результаты механических испытаний¹⁵

Результаты механических испытаний разрывных образцов, изготовленных из исходных холоднодеформированных, а также из облученных в различных режимах пластин сплава 1424, приведены в табл. 5.1.

Из представленных в табл. 5.1 данных видно, что при одностороннем облучении холоднодеформированных пластин толщиной 7,3 мм сплава 1424 ионами аргона с энергией 40 кэВ и относительно низком флюенсе: $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² (в течение 42 с), при плотности ионного тока 200 мкА/см², происходит снижение предела прочности σ_b на ~40 МПа, при этом предел текучести $\sigma_{0,2}$ увеличивается на ~60 МПа, относительное удлинение δ возрастает незначительно, на ~1,5 %.

Таблица 5.1 Механические свойства разрывных образцов сплава 1424 в исходном холоднодеформированном состоянии и после облучения в различных режимах

№ обр.	E, кэВ	j, мкА/см ²	Φ , см ⁻²	Время облучения (с)	Облучаемые стороны	T, °С	Механические свойства		
							σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
1	Исходный (без облучения)						514*	351	4,7
2	40	200	$5 \cdot 10^{16}$	42	одна	120	471	414	6,2
3			10^{17}	83	одна	200	425	354	11,5
4			$3,7 \cdot 10^{17}$	293	одна	400	392	264	13,7
5			$4,5 \cdot 10^{17}$	358	одна	450	389	181	20,8
6			$9 \cdot 10^{17}$	364	две	450	392	175	16,3
7			400	$3 \cdot 10^{17}$	121	одна	450	391	181

*Примечание. Погрешность измерения для σ_b и $\sigma_{0,2}$ составляет 3 %, для δ – 5 %.

Дальнейшее увеличение флюенса облучения до 10^{17} см⁻² приводит к еще большему снижению предела прочности, предел текучести при этом остается на уровне исходного значения, относительное удлинение возрастает до 11,5 %.

¹⁵ Статические испытания на одноосное растяжение проведены в лаборатории ОАО «Каменск-Уральский металлургический завод» в соответствии с ГОСТом 1497-84. Обработка полученных данных и их интерпретация проведены лично автором.

С ростом флюенса облучения до $3,7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (длительность облучения 5 мин) сплав продолжает разупрочняться: предел прочности достигает значения 392 МПа, предел текучести – 264 МПа, а относительное удлинение – 13,7 %.

Максимальное разупрочнение, в сочетании с максимальным относительным удлинением, достигается при облучении флюенсом $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$: $\sigma_{0,2} = 181 \text{ МПа}$, $\delta = 20,8 \%$, при этом предел прочности в пределах погрешности измерения не изменяется (по сравнению с облучением предыдущим флюенсом) и составляет 390 МПа. Последующее увеличение флюенса облучения также не приводит к изменению $\sigma_{\text{в}}$.

При облучении пластин последовательно с двух сторон при тех же параметрах облучения, но, соответственно, вдвое большим флюенсом ($9 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) предел прочности и предел текучести остаются на прежнем уровне, а вот относительное удлинение несколько снижается до 16,3 %.

Таким образом, оптимальным режимом, позволяющим максимально разупрочнить сплав 1424, является следующий режим: $E = 40 \text{ кэВ}$, $j = 200 \text{ мкА/см}^2$, $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (время облучения 6 мин).

Заслуживает внимания тот факт, что увеличение плотности ионного тока в 2 раза (до 400 мкА/см^2) позволяет втрое сократить время облучения (табл. 4.1), обеспечивающее близкий уровень разупрочнения: $\sigma_{\text{в}} = 390 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2} = 181 \text{ МПа}$, $\delta = 17,8 \%$, при более низком флюенсе $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$

Следует отметить, что регламентированные свойства, обеспечивающие возможность холодной прокатки сплава 1424, являются следующими: предел прочности – 370 МПа, предел текучести – 220 МПа, удлинение – 15-18% (эти свойства достигаются в результате отжига в очень узком температурном интервале $370 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 ч, что трудно обеспечить при рулонном отжиге). Полученный нами уровень свойств с применением кратковременного облучения сплава пучками ускоренных ионов удовлетворяет предъявляемым требованиям и демонстрируют даже более высокий уровень пластичности при более низком пределе текучести. Этот результат, несомненно, представляет практический интерес.

5.2. Результаты металлографического анализа структуры сплава 1424

С целью установления того, каким образом ионное облучение влияет на микроструктуру сплава 1424, в частности, однородна ли она по толщине образца при одностороннем облучении, был проведен металлографический анализ исходной

структуры пластин сплава после холодной деформации, а также после различных режимов облучения.

Установлено, что для микроструктуры сплава 1424 в исходном холоднодеформированном состоянии характерна строчечная структура, указывающая на наличие вытянутых тонких зерен (рис. 5.1). Изображения микроструктуры сплава 1424 после различных режимов облучения приведены на рис. 5.2 – 5.4.

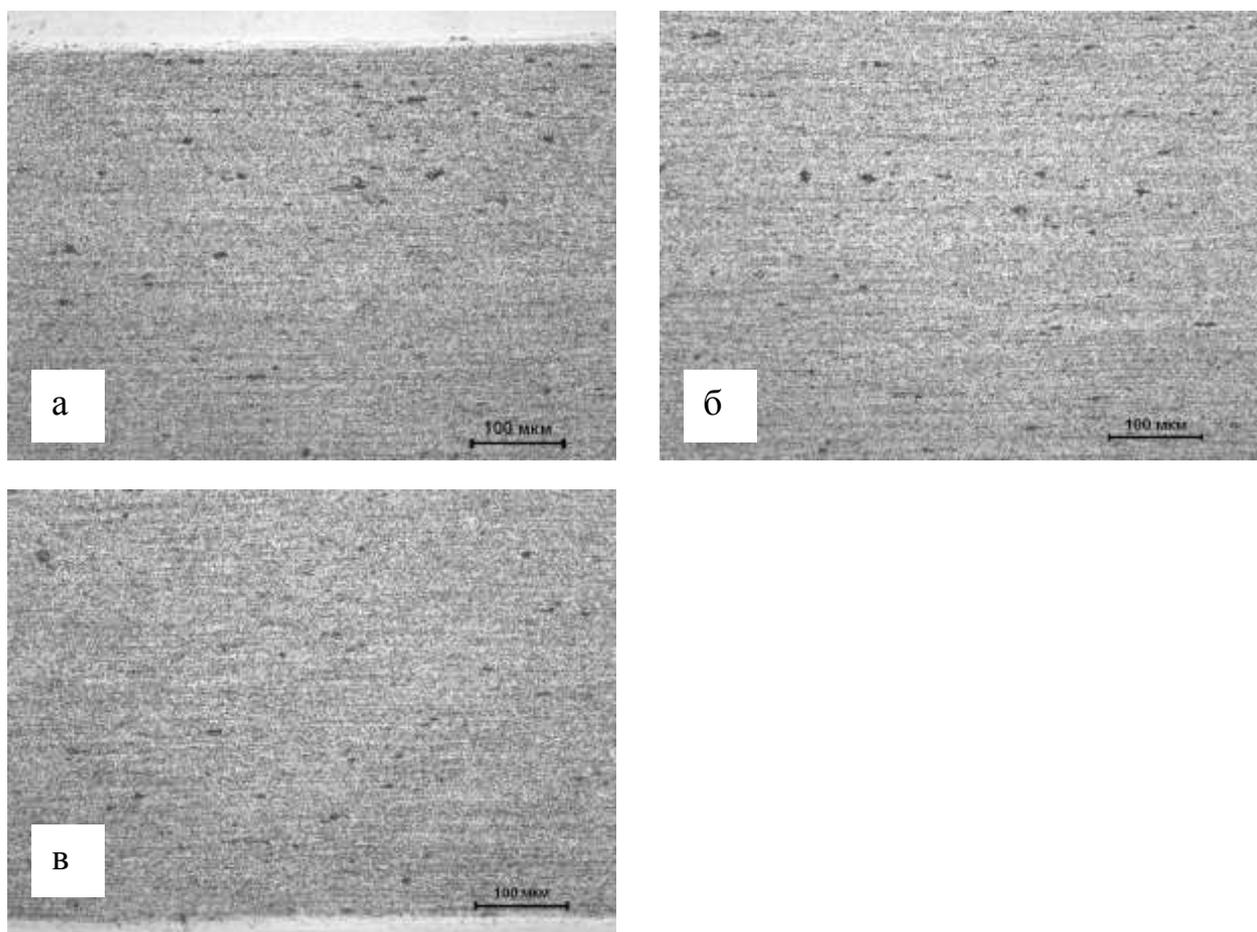


Рис. 5.1. Микроструктур сплава 1424 после холодной деформации.

После облучения в режимах: 1) $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 5 \cdot 10^{16}$ см⁻² и 2) $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 10^{17}$ см⁻² микроструктура сплава, наблюдаемая в оптическом микроскопе, практически не изменяется (рис. 5.2).

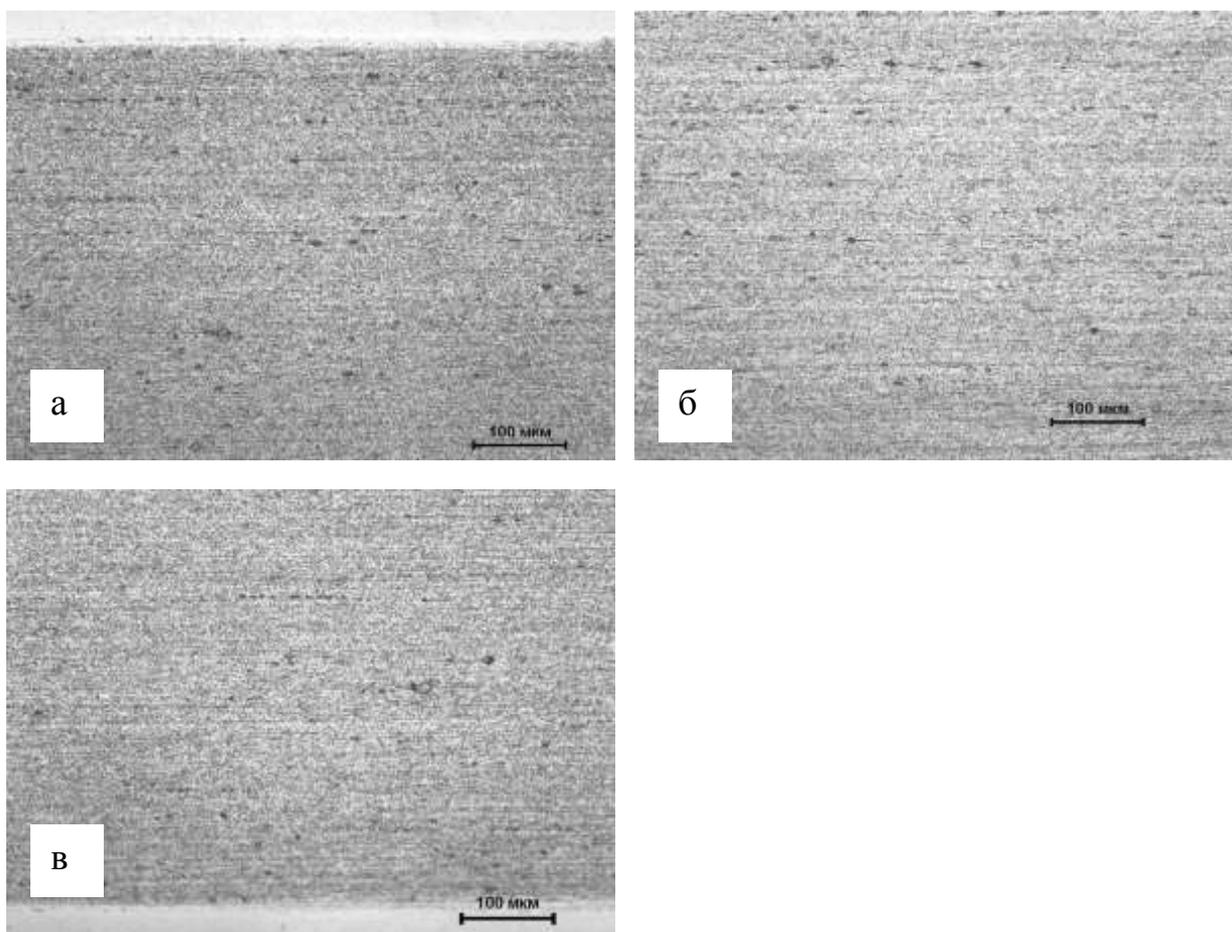


Рис. 5.2. Микроструктур сплава 1424 после в облучения ионами Ar^+ в режиме: $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 10^{17}$ см⁻²: а – облученная сторона, б – центральная часть образца, в – необлученная сторона.

После облучения в других режимах (см. табл. 4), т.е. в тех случаях, когда имеет место разупрочнение сплава, наблюдаются заметные изменения, проявляющиеся в уширении деформационных полос (рис. 5.3 и 5.4) и формировании как равноосных, так и вытянутых зерен внутри исходных, с образованием цепочек, параллельных поверхности листа. Это свидетельствует о том, что *под действием* облучения в сплаве протекают процессы *рекристаллизации*. В отдельных участках наблюдается еще нерекристаллизованная структура, однако исходное зерно претерпевает существенные изменения: если в нагартованном состоянии невозможно различить строчки, то теперь они четко различимы, а в отдельных участках при большом увеличении видны границы зерен. Длина зерен составляет от 5 до 15 мкм, а ширина ~ 2 -6 мкм.

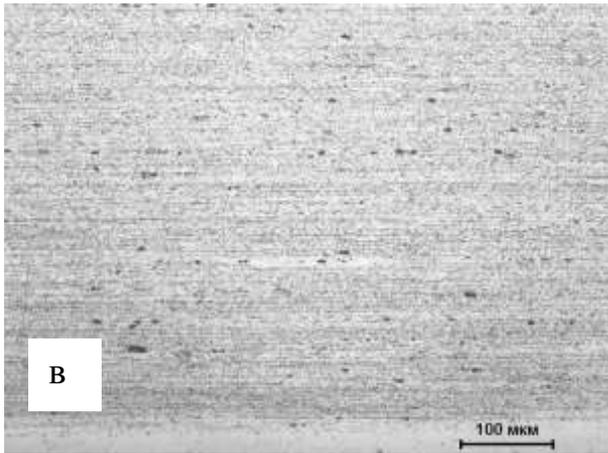
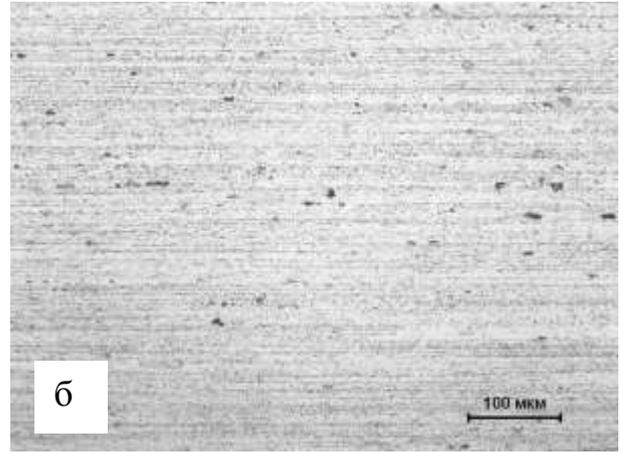
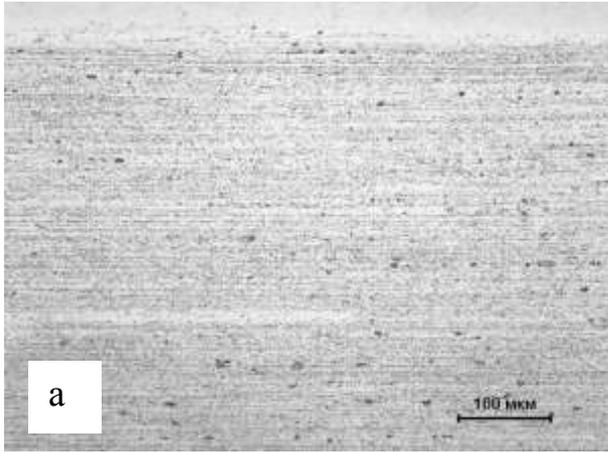


Рис. 5.3. Микроструктур сплава 1424 после облучения ионами Ar^+ в режиме:

$E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17}$ см⁻²:

а – облученная сторона,

б – центральная часть образца,

в – необлученная сторона.

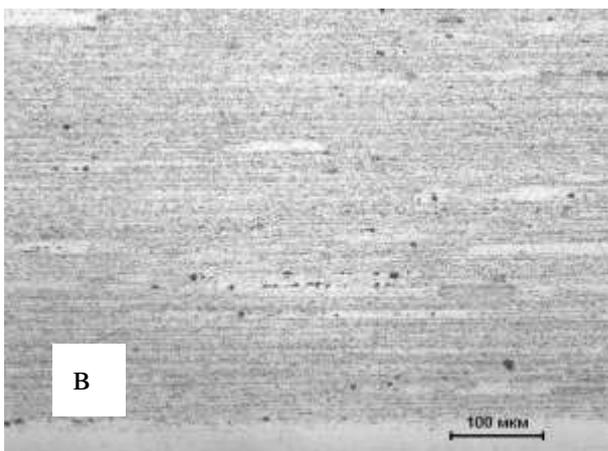
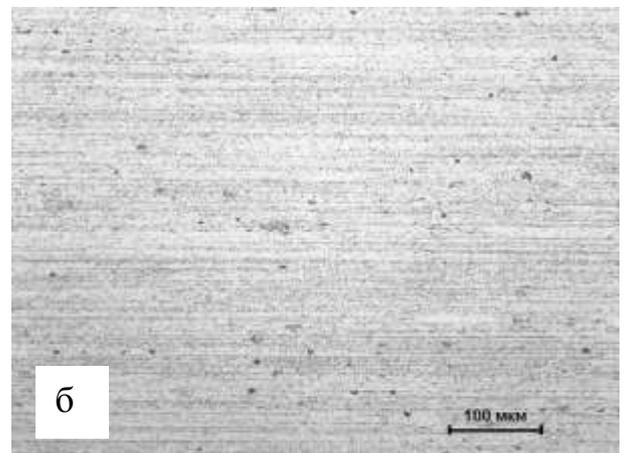
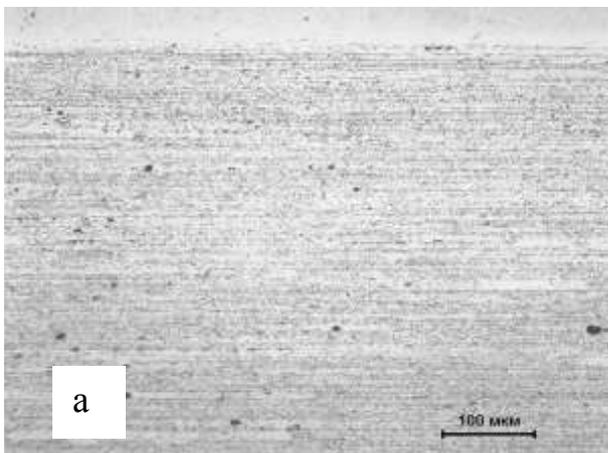


Рис. 5.4. Микроструктур сплава 1424 после в облучения ионами Ar^+ в режиме:

$E = 40$ кэВ, $j = 400$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻²:

а – облученная сторона,

б – центральная часть образца,

в – необлученная сторона.

Следует отметить, что структурные изменения в сплаве 1424 после облучения ионами Ag^+ с энергией 40 кэВ, при плотностях ионного тока 200 и 400 мкА/см² и флюенсах более $3 \cdot 10^{17}$ см⁻², происходят *по всей толщине* образца. Такой вывод сделан на основании анализа микроструктуры образцов в *продольном* и *поперечном* сечениях с *облученной* и *необлученной* сторон образцов, а также в их центральной части. Микроструктура достаточно однородна по толщине (рис. 5.3, 5.4).

5.3. Электронно-микроскопическое исследование

Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации. В результате холодной деформации в сплаве формируется полосчатая структура. Средняя ширина деформационных полос не превышает $\sim 0,5 - 0,8$ мкм (рис. 5.5 а, б). На их границах присутствуют выделения избыточной фазы (рис. 5.5 а, в). Отдельные выделения наблюдаются и внутри деформационных полос (рис. 5.5 г). Расчет межплоскостных расстояний по дополнительным рефлексам на электронограммах выявил, что обнаруженные выделения представляют собой интерметаллиды Al_6Mn . На границах полос они имеют произвольную форму, а в их объеме – форму реек длиной до 0,3 мкм или эллипсов той же протяженности. Наличие и преимущественный характер распределения обнаруженных частиц фазы Al_6Mn согласуется с представлениями [168] о том, что в алюминиевых сплавах с добавкой Mn, к которым относится сплав 1424, в процессе кристаллизации и гомогенизации слитков образуются марганецсодержащие интерметаллиды, которые в процессе последующей деформации выстраиваются вдоль ее основного направления.

В объеме деформированных зерен (деформационных полос), а иногда и на их границах помимо интерметаллидов Al_6Mn выявляются равноосные частицы диаметром ~ 20 нм, так называемые дисперсоиды, имеющие состав $Al_3(Zr,Sc)$ (рис. 5.5 в, д, е). Как известно, дисперсоиды в алюминий-литиевых сплавах имеют упорядоченную внутреннюю структуру, вследствие чего при их образовании на соответствующих электронограммах появляются сверхструктурные рефлексы [169]. Рефлексы на электронограммах деформированного сплава 1424 имеют очень малую интенсивность, что косвенно подтверждает малую объемную долю дисперсоидов.

На отдельных границах деформационных полос обнаружены ультрадисперсные (диаметром 0,3 – 0,4 мкм) свободные от дислокаций равноосные субзерна (рис. 5.5 б). Такие субзерна, согласно существующим представлениям, являются зародышами

рекристаллизации. Они зарождаются преимущественно на границах деформированных зерен.

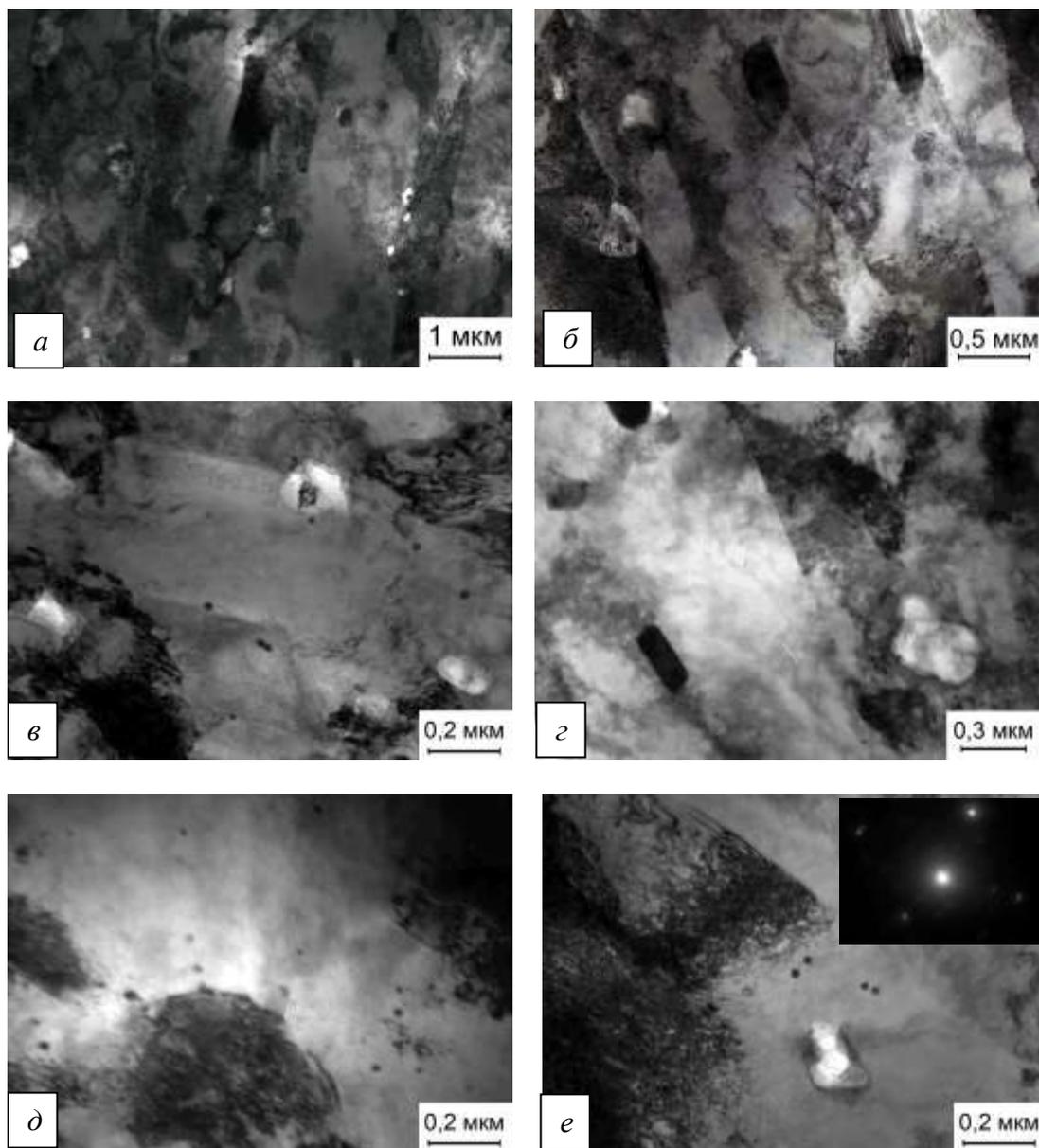


Рис. 5.5. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации; светлопольные изображения: а, б – деформационных полос; а, в-г – интерметаллидов Al_6Mn .

В деформационных полосах выявляются неоднородно распределенные дислокации (рис. 5.5 а – в). В одних полосах они образуют плотные скопления, в других – широкие сплетения дислокаций, являющиеся границами ячеек. Кроме того, имеются полосы, в которых дислокации практически отсутствуют. Наблюдаемая неоднородность в распределении дислокаций, скорее всего, обусловлена тем, что деформированные зерна в сплавах на основе алюминия обладают различной энергией наклепа [1]. Вследствие этого

характер перераспределения дислокаций при промежуточных отжигах деформированного материала также различается от зерна к зерну.

Электронно-микроскопическое исследование также показало, что вылеживание при комнатной температуре в течение нескольких месяцев деформированного сплава 1424 практически не повлияло на состояние рассмотренных выше структурных составляющих. Вместе с тем, в нем произошел распад пересыщенного твердого раствора с выделением стабильной S – фазы Al_2LiMg . Темнопольное изображение частиц S- фазы длиной 15-20 нм и электронограмма с ее рефлексами приведены на рис. 5.6.

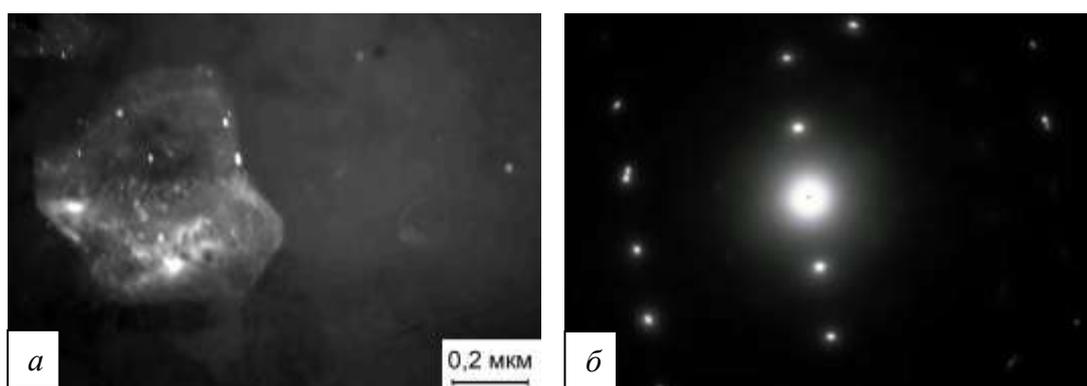


Рис. 5.6. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и вылеживания; а - темнопольное в рефлексе $(820)_S$; б - электронограмма с рефлексами S – фазы, ось зоны близка $[127]_{Al}$.

Облучение ионами Ar^+ , $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ см⁻².

Одностороннее облучение в вышеуказанном режиме привело к формированию крайне неоднородной зеренной структуры. Так, в ряде участков облученного образца сохранились деформационные полосы шириной 0,3 – 0,5 мкм (рис. 5.7 а, б). На рисунках видно, что внутри одних полос присутствуют сплетения дислокаций (рис. 5.7 а, б), а в других произошло их перераспределение с образованием дисперсных равноосных участков диаметром 0,1 – 0,3 мкм или вытянутых зерен длиной до 1 мкм.

В отдельных участках образца обнаружено формирование субзеренной структуры с плотными сплетениями дислокаций в объеме образовавшихся субзерен (рис. 5.7 б, в, г). Границы деформационных полос в таких участках практически исчезли.

На границах полос и субзерен выявляются *грубые* интерметаллиды. Они либо образуют непрерывную пленку, либо имеют форму равноосных частиц диаметром до 0,5 мкм (рис. 5.8 а). Анализ электронограмм, снятых с каждого из приведенных интерметаллидов, позволил заключить, что они преимущественно имеют состав Al_6Mn

(рис. 5.8 б). Темнопольное изображение частицы Al_6Mn , снятое в рефлексе указанной фазы, представлено на рис. 5.8 в.

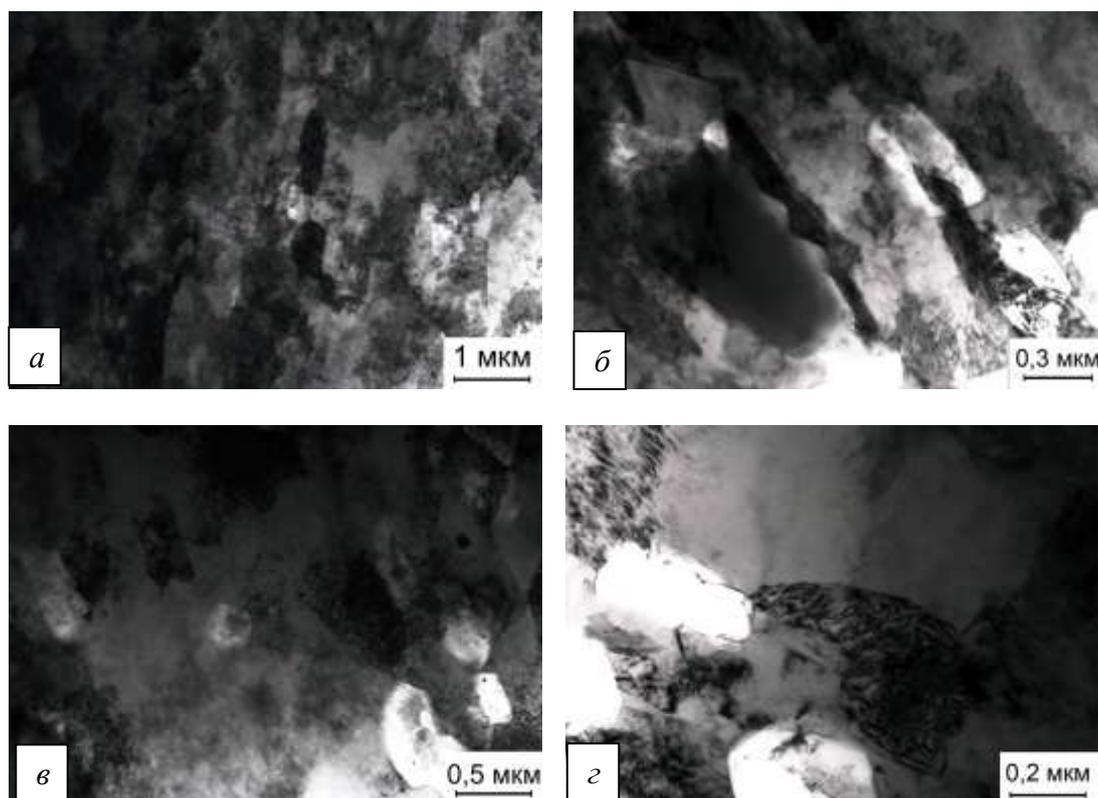


Рис. 5.7. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ag^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца; светлопольные изображения: а, б – деформационных полос; в, г – субзеренной структуры.

На электронограммах облученного образца присутствуют очень слабые, едва заметные сверхструктурные рефлексы. Подобная интенсивность этих рефлексов была замечена на электронограммах сплава в деформированном состоянии. Их низкую интенсивность мы связываем с очень малым количеством выделений δ' -фазы с упорядоченной структурой.

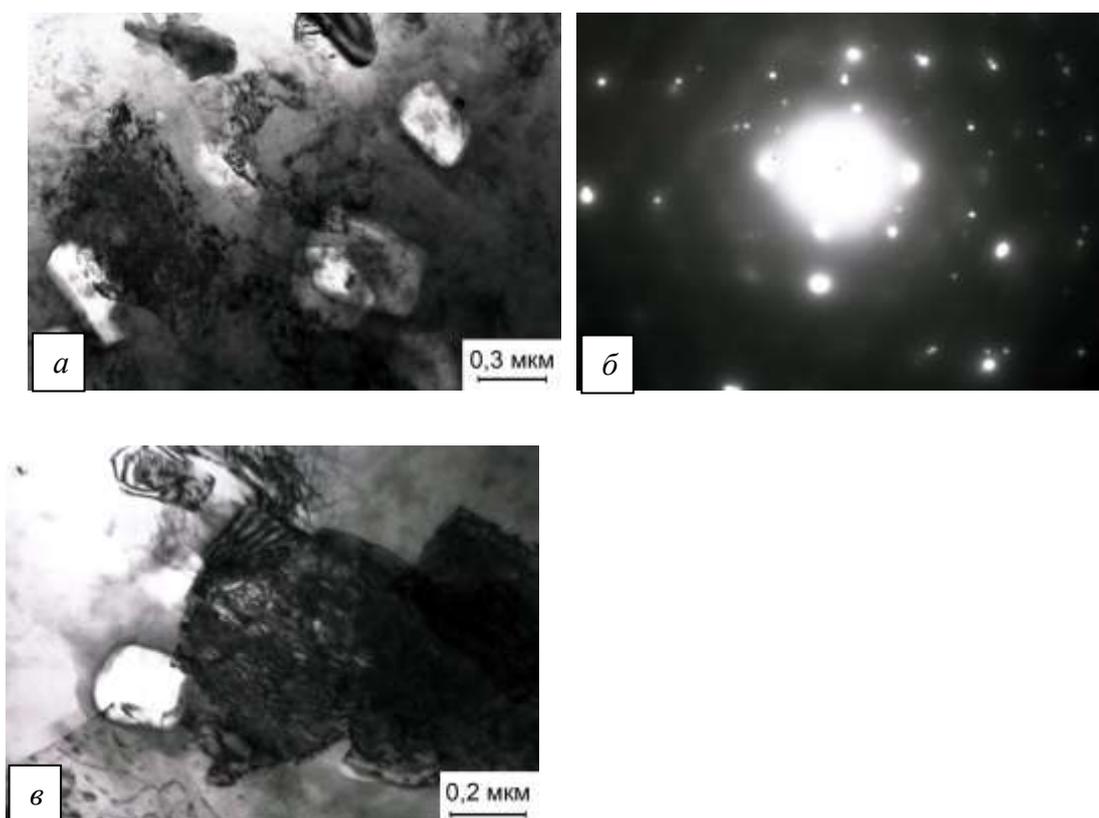


Рис. 5.8. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ar^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 1 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца: а - светлопольное изображение интерметаллидов Al_6Mn , б – электронограмма с рефлексами фазы Al_6Mn , ось зоны близка $[221]_{Al}$; в - темнопольное изображение интерметаллида в рефлексе $(315)_{Al_6Mn}$.

Облучение ионами Ar^+ , $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17}$ см⁻². Под действием одностороннего облучения в указанном режиме деформированная структура полностью трансформировалась в рекристаллизованную (рис. 5.9 а – г). Анализ электронно-микроскопических изображений свидетельствует о том, что для образовавшихся рекристаллизованных зерен характерна размерная неоднородность. Диаметр зерен колеблется от 0,5 до 5 и более мкм. Зерна имеют равновесные тройные стыки (рис. 5.9 а – г), но сохраняют вытянутую в направлении прокатки форму. В объеме зерен наблюдаются сплетения дислокаций.

Интерметаллиды Al_6Mn равноосной формы изредка присутствуют на границах зерен и в приграничных областях в виде отдельных частиц (рис. 5.9 а – д). Их диаметр колеблется от 0,1 до 0,5 мкм. В объеме зерен интерметаллиды Al_6Mn практически не встречаются.

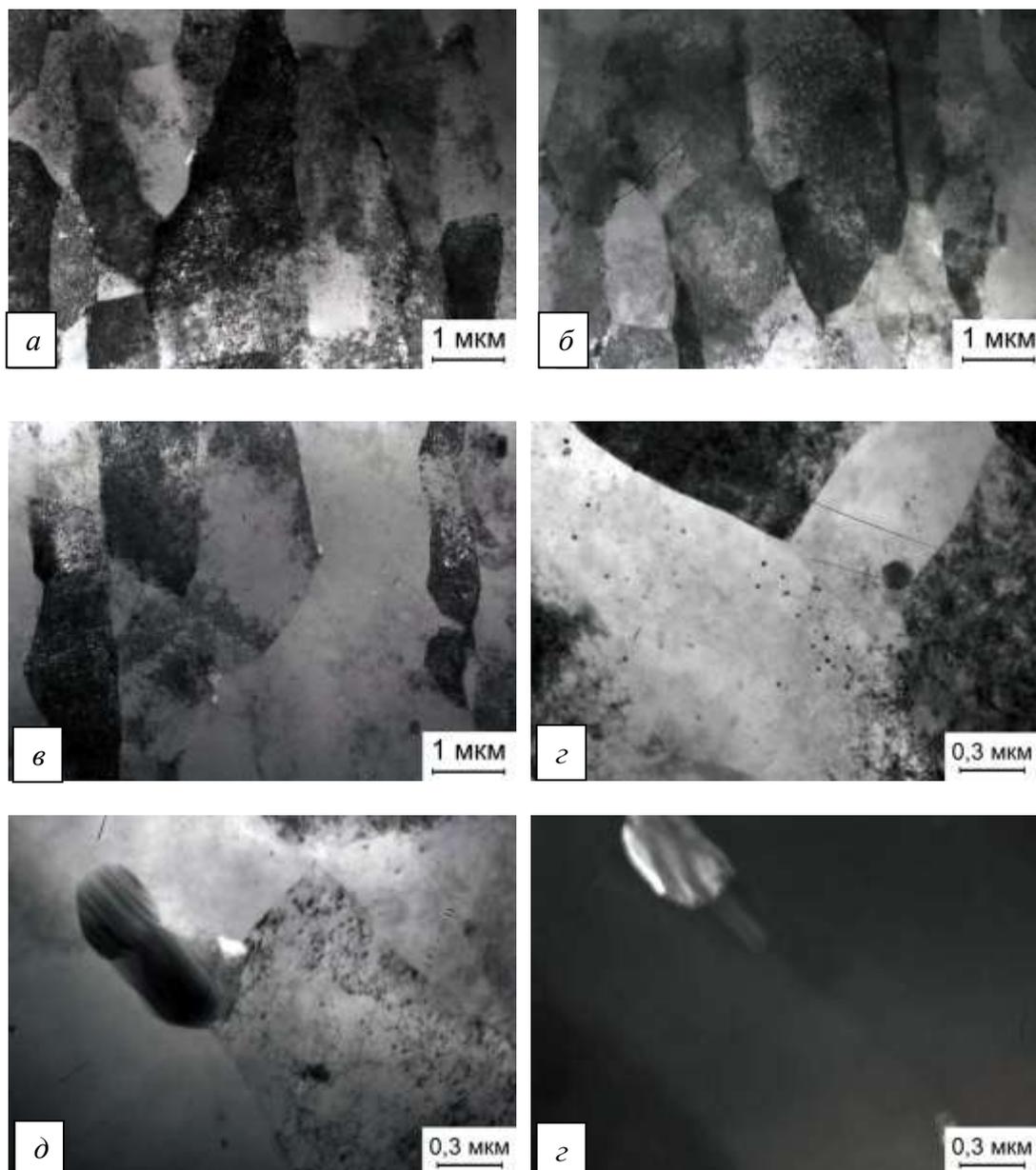


Рис. 5.9 Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ar^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца: а – д – светлопольные изображения: а – г – зеренной структуры, д – интерметаллида Al_6Mn ; е - темнопольное изображение интерметаллида в рефлексе $(313)_{Al_6Mn}$.

На электронограммах облученного сплава выявляются интенсивные сверхструктурные рефлексы (001) , $(110)_{Al}$ (рис. 5.10 а). Их появление, как мы отмечали выше, связано с выделением частиц с упорядоченной по типу $L1_2$ структурой. К этим частицам относятся как дисперсоиды $Al_3(Zr, Sc)$, так и выделения упрочняющей фазы δ' (Al_3Li). Анализ темнопольных изображений в сверхструктурных рефлексах позволил считать правомерным сосуществование обеих фаз. На рис. 5.10 б – г показано наличие

равноосных частиц, отличающихся по размеру, интенсивности контраста и плотности распределения. Редко расположенные контрастные частицы имеют диаметр ~ 30 нм. Диаметр слабоконтрастных частиц, плотность распределения которых довольно высока, составляет $\sim 10 - 15$ нм. Совокупность приведенных фактов позволяет считать, что наиболее крупные частицы являются дисперсоидами $Al_3(Zr,Sc)$, а мелкие - δ' -фазой. Следует отметить, что плотность частиц δ' - фазы, обнаруженных в сплаве 1424 после облучения, все же значительно ниже, чем в искусственно состаренных на максимальную прочность сплавах 1450 и 1441.

В облученном сплаве обнаружено также выделение незначительного количества стабильной S - фазы (Al_2LiMg): ее слабые рефлекссы присутствуют на электронограммах.

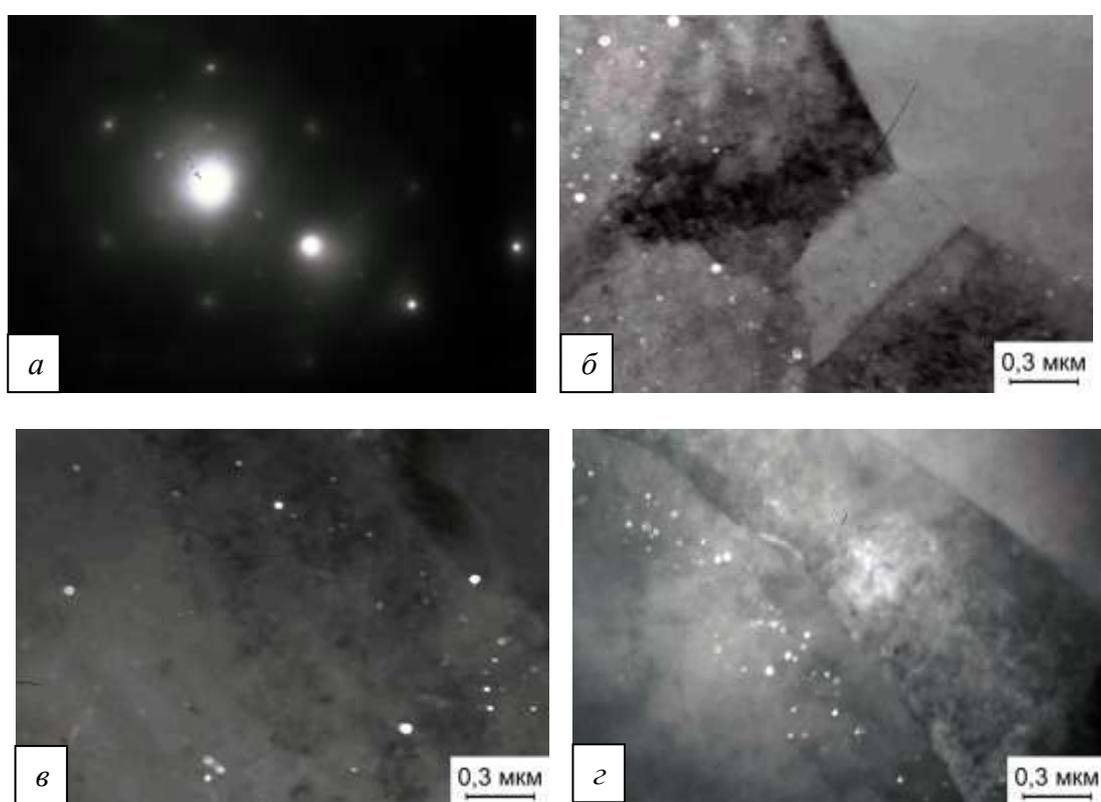


Рис. 5.10. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ar^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 4,5 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца: а - электроннограмма со сверхструктурными рефлексами типа $(110)_{Al}$; б - г - темнопольные изображения дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$ и частиц фазы Al_3Li в рефлексах $(110)_{Al}$.

Облучение ионами Ar^+ , $E = 40$ кэВ, $j = 400$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻². Под действием одностороннего облучения в указанном режиме в сплаве сформировалась рекристаллизованная структура. В образце наблюдаются равноосные зерна с

большееугловыми границами (рис. 5.11 а, б). Их диаметр составляет 1 – 3 мкм. Границы таких зерен преимущественно свободны от выделений. В объеме зерен встречаются редко расположенные интерметаллиды Al_6Mn . При облучении интерметаллиды приобрели равноосную форму, при этом их диаметр уменьшился до 0,1 – 0,2 мкм. В образовавшихся при облучении равноосных зернах наблюдается высокая плотность дислокаций (рис. 5.11 а, б).

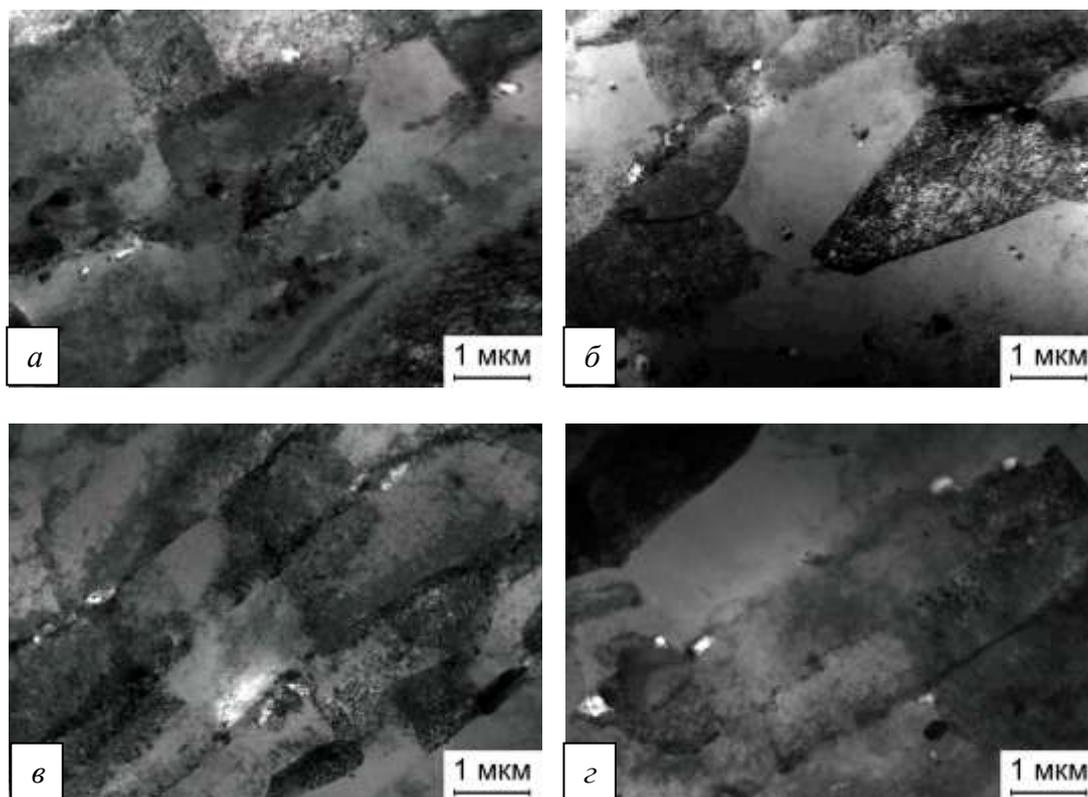


Рис. 5.11. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ag^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца: светлопольные изображения: а, б – рекристаллизованной структуры; в, г – деформационных полос.

В отдельных участках облученного образца сохранились деформационные полосы (рис. 5.11 в, г). Под действием облучения их ширина возросла в ~ 2 раза и составляет не менее 1 – 2 мкм. Уширение деформационных полос обычно происходит при отжиге деформированных полуфабрикатов [170]. Особенно следует отметить, что облучение вызвало резкое снижение плотности выделений Al_6Mn на границах полос (фрагмент одной из таких границ приведен на рис. 5.12 а). В объеме полос интерметаллиды Al_6Mn , как и в рекристаллизованных зернах, имеют равноосную форму а их диаметр не превышает 0,1 – 0,2 мкм (рис. 5.12 а, в). Анализ дополнительных рефлексов на

электроннограммах подтвердил, что выделения на границах полос и равноосные интерметаллиды в их объеме имеют состав Al_6Mn (рис. 5.12 б).

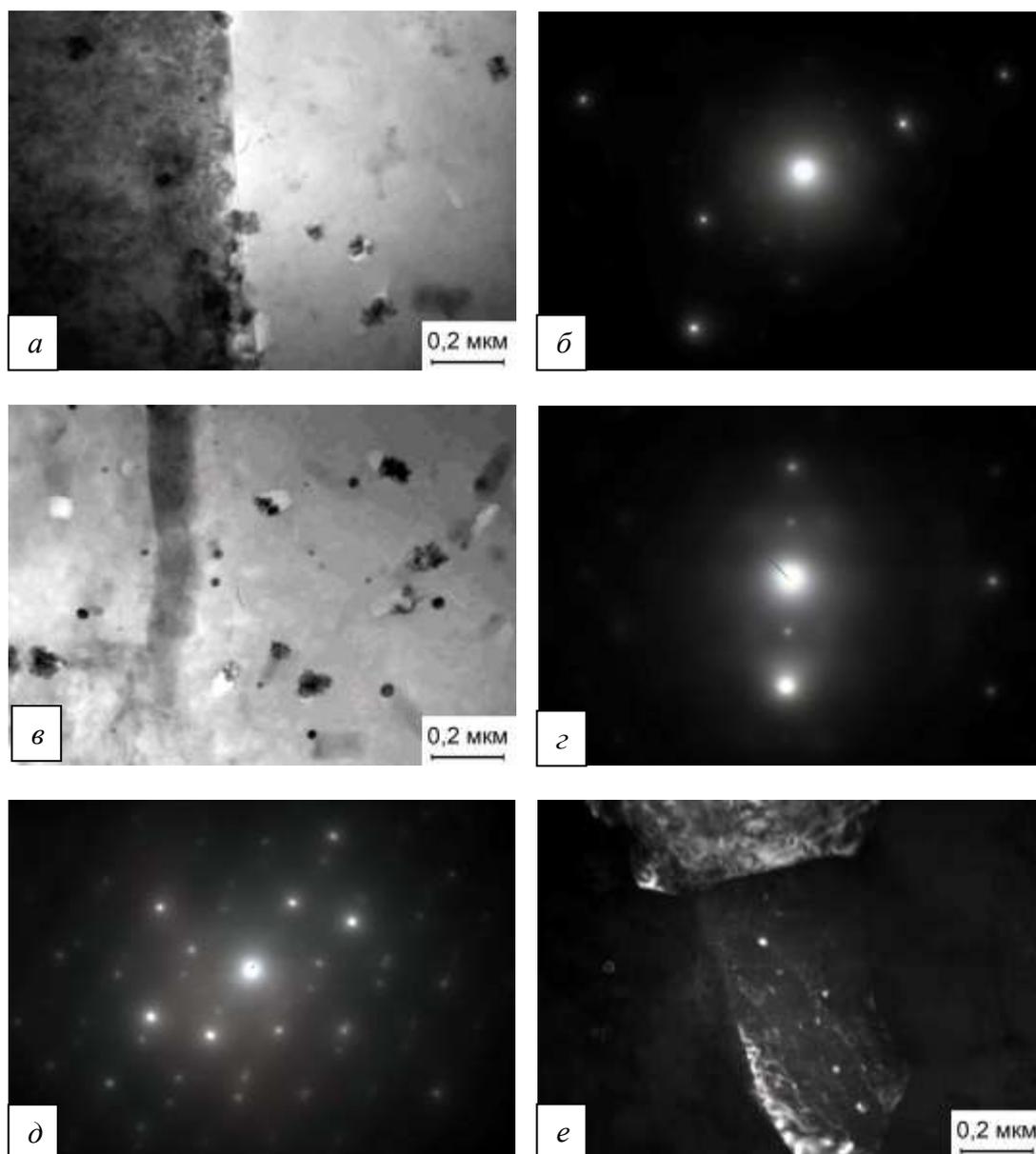


Рис. 5.12. Микроструктура сплава 1424 после холодной деформации и облучения ионами Ar^+ ($E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻²) в центре поперечного сечения образца: а, в - светлопольные изображения интерметаллидов Al_6Mn и дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$, б – электронограмма с рефлексами фазы Al_6Mn , ось зоны близка $[127]_{Al}$; г – электронограмма со сверхструктурными рефлексами типа $(110)_{Al}$, ось зоны близка $[552]_{Al}$; д – электронограмма, с рефлексами S – фазы, ось зоны близка $[110]_{Al}$; е – темнопольное изображение частиц S – фазы в рефлексе $(533)_S$.

Помимо интерметаллидов, в облученном сплаве так же, как и в деформированном, обнаружены дисперсоиды $Al_3(Zr,Sc)$ (рис. 5.12 в). Плотность их распределения

практически не отличается от обнаруженной в сплаве после деформации. Вместе с тем, на электронограммах облученного сплава выявляются интенсивные сверхструктурные рефлексы (рис. 5.12 г). Возрастание интенсивности этих рефлексов обусловлено гетерогенным зарождением выделяющейся при облучении метастабильной фазы δ' (Al_3Li) на межфазных поверхностях дисперсоидов и имеющей, так же, как и дисперсоиды, упорядоченную внутреннюю структуру [169]. О гетерогенном зарождении δ' - фазы свидетельствует возрастание размеров дисперсоидов до 30 нм. Кроме того, на дисперсоидах, находящихся в отражающем положении, выявляется оболочка δ' - фазы.

В облученных образцах, также как и в деформированных, обнаружено выделение стабильной S-фазы (Al_2LiMg) в результате распада твердого раствора по основным легирующим компонентам Li и Mg. На электронограммах наблюдаются рефлексы фазы, а на темнопольных изображениях в этих рефлексах – частицы диаметром 15-20 нм (рис. 5.12 д, е).

Таким образом, электронно-микроскопическое исследование образцов сплава 1424 в исходном деформированном состоянии и после его облучения показало, что структурное состояние сплава 1424 после облучения в режимах, приводящих сплав к разупрочнению, а именно при облучении флюенсами $4,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (при $j = 200 \text{ мкА/см}^2$) и $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (при $j = 400 \text{ мкА/см}^2$), имеет ряд особенностей, оказывающих влияние на его механические свойства.

К таким особенностям относятся следующие: 1) при облучении в сплаве происходят *рекристаллизационные* процессы, проявляющиеся, в зависимости от режима облучения, либо в уширении деформационных полос, либо в формировании равноосной зеренной структуры; 2) под действием облучения *снижается* плотность зернограницных выделений, а также происходит *измельчение* или полное *растворение* гомогенно зарожденных интерметаллидов Al_6Mn , сохранившиеся интерметаллиды принимают равноосную форму; 3) в ходе облучения происходит формирование небольшого количества метастабильной δ' -фазы (Al_3Li), имеющей упорядоченную структуру.

5.4. Сравнение характера влияния ионного облучения и нагрева (идентичного нагреву при облучении) на структуру холоднодеформированного сплава 1424

С целью прямого сравнения характера влияния ионного облучения (сопровождающегося нагревом образцов) и обычного нагрева на структуру холоднодеформированного сплава 1424 были воспроизведены режимы нагрева образцов в ходе ионно-лучевой обработки с помощью муфельной печи. Для этого были выбраны 2 режима облучения:

1) $E = 40$ кэВ, $j = 200$ мкА/см², $\Phi = 10^{17}$ см⁻², при котором образец в течение 83 с нагрелся ионным пучком до температуры 200 °С;

2) $E = 40$ кэВ, $j = 400$ мкА/см², $\Phi = 3 \cdot 10^{17}$ см⁻², при котором образец в течение 121 с нагрелся ионным пучком до температуры 450 °С.

Кривые нагрева образцов ионным пучком (в ходе облучения) и в муфельной печи приведены на рис. 2.9.

Выполненное нами электронно-микроскопическое исследование показало, что в отсутствие облучения нагрев в печи до 200 °С в течение 83 с не оказывает влияния на структурное состояние деформированного сплава 1424. Во всем объеме образца сохранились деформационные полосы (рис. 5.13 а, б). В одних полосах наблюдаются равномерно распределенные плотные сплетения дислокаций (рис. 5.13 а), в других - произошло перераспределение дислокаций с образованием ячеистой структуры, где сплетения являются границами ячеек (рис. 5.13 б). На отдельных границах деформационных полос выявляются единичные субзерна диаметром 0,1 – 0,5 мкм (рис. 5.13 в), что характерно и для исходного деформированного состояния. Количество таких скоплений очень незначительно.

На светлопольных и темнопольных изображениях замечены редко расположенные частицы сферической формы – дисперсоиды Al₃(Zr,Sc) (рис. 5.13 в, г).

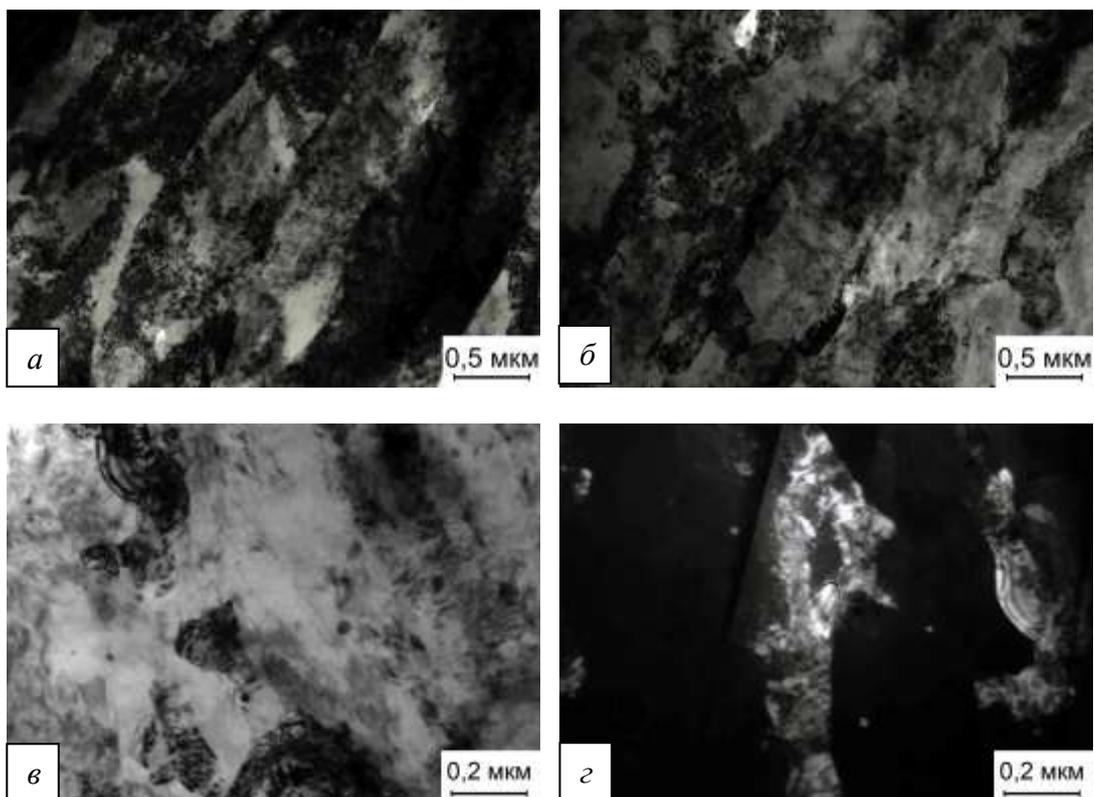


Рис. 5.13. Микроструктура сплава 1424 после нагрева в печи до 200 °С в течение 83 секунд; в центре поперечного сечения образца: а, б – светлопольные изображения деформационных полос; в – светлопольные изображения субзерен и дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$; г – темнопольное изображение фрагмента ячеистой структуры и дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$.

В то же время, как было показано выше, облучение в течение 83 с, при котором образец также нагревался до 200 °С, привело к образованию неоднородной зеренной структуры: произошло формирование субзеренной структуры, образование новых дисперсных равноосных зерен диаметром 0,1 – 0,3 нм или вытянутых зерен длиной до 1 мкм и наряду с этим сохранились деформационные полосы шириной 0,3 – 0,5 мкм (см. рис. 5.7).

Электронно-микроскопический анализ структуры сплава 1424 после нагрева в печи до 450 °С в течение 120 с выявил, что в процессе термообработки в сплаве формируется смешанная структура. В образце сохраняются деформационные полосы (рис. 5.14 а, б), в которых присутствуют сплетения дислокаций. Вместе с тем, в ряде полос произошло перераспределение дислокаций, вызвавшее образование ячеистой и субзеренной структуры, что хорошо демонстрируется на рис. 5.14 в. Видно, что в отдельных участках наблюдаются субзерна с большеугловой разориентацией (об этом свидетельствует характерный полосчатый контраст на большинстве границ) диаметром менее 0,5 мкм,

которые начинают зарождаться у границ полос и растут в их центральную часть. Диаметр зерен, расположенных в объеме полос, может превышать 1 мкм. В их объеме присутствуют сплетения дислокаций (рис. 5.14 г)

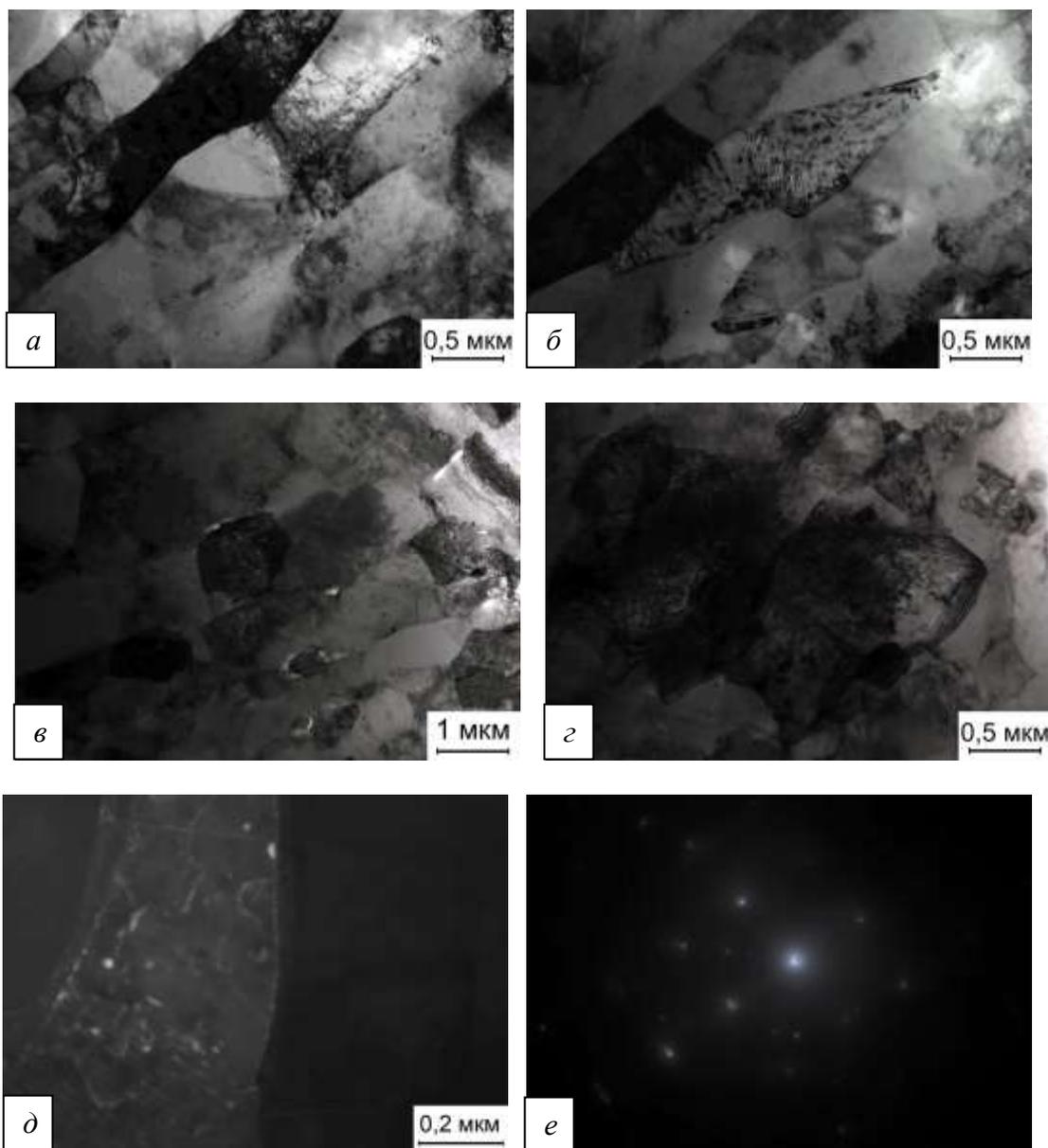


Рис. 5.14. Микроструктура сплава 1424 после нагрева в печи до 450 °С, 120 с; в центре поперечного сечения образца: а – в – светлопольные изображения деформационных полос; г – светлопольное изображение равноосных субзерен; д – темнопольное изображение дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$ и дисперсных пластин S – фазы; е – электронограмма со сверхструктурными и S – фазы рефлексами, ось зоны близка $[100]_{Al}$.

В деформационных полосах и равноосных зернах наблюдаются дисперсоиды $Al_3(Zr,Sc)$ сферической формы диаметром до 20 нм (на электронограммах выявляются

очень слабые сверхструктурные рефлексy) и зародившиеся гетерогенно на дислокациях тонкие пластинки S – фазы 20 – 30 нм (рефлексy фазы присутствуют на соответствующих электронограммах) (рис. 5.14 е). Гетерогенное зарождение S-фазы, как видно на представленном рисунке, происходит на границах зерен.

Проведенное исследование позволяет сделать вывод о том, что в сплаве 1424 в ходе чисто термической обработки (нагрева и охлаждения) в отдельных участках лишь начинаются рекристаллизационные процессы. В то время как после облучения (при идентичном тепловом режиме процесса, рис. 2.9) в сплаве сформировалась однородная рекристаллизованная структура с равноосными зернами с большеугловыми границами диаметром 1-3 мкм (см. рис. 5.11).

Таким образом, сопоставление результатов электронной микроскопии нагретых без облучения и облученных образцов свидетельствует о значительном ускорении процессов перестройки микроструктуры сплава под воздействием ионной бомбардировки, что позволяет осуществлять процесс ускоренного радиационного отжига металла после холодной пластической деформации.

5.5. Реализация холодной прокатки сплава 1424 с использованием ионно-лучевой обработки

На основе результатов проведенных исследований в работе была успешно осуществлена холодная прокатка листов сплава 1424 с использованием ионно-лучевой обработки (радиационного отжига пучками ионов аргона) вместо упоминавшихся выше трудоемких технологических операций выдержки в селитровой ванне (аналогичных нагреву под закалку).

В табл. 5.2 приведены степени деформации сплава 1424 в ходе последовательных операций прокатки, разделенных операциями промежуточного радиационного отжигов.

На рис. 5.15 показан исходный образец сплава 1424 (после холодной прокатки) толщиной 7,3 мм и образцы, подвергнутые холодной прокатке, с кратковременными (промежуточными между операциями прокатки) *разупрочняющими радиационными отжигами*, в течение нескольких десятков секунд.

Таблица 5.2. Реализация холодной прокатки сплава 1424 с использованием промежуточного радиационного отжига

№ п/п	Этап	Толщина		Число проходов	Степень деформации, %	Т, °С	D, см ⁻²	E, кэВ	j, мкА/см ²	V, см/с
1	Исходное	7,6								
2	Радиационный отжиг 1			1		475	10 ¹⁷	40	400	0
3	Прокатка 1	7,6	5,75		24%					
4	Радиационный отжиг 2			2		450	2,5·10 ¹⁷	40	400	3
5	Прокатка 2	5,75	3,58		37%					
6	Радиационный отжиг 3			3		468	1,8·10 ¹⁷	30	300	3
7	Прокатка 3	3,58	2,75		25%-					
8	Радиационный отжиг 4			28		403	1,7·10 ¹⁸	30	300	3
9	Прокатка 4	2,75	2,2		20%					
10	Радиационный отжиг 5			22		450	1,8·10 ¹⁸	20	400	3
11	Прокатка 5	2,2	1,2		25%					



Рис. 5.15. Результаты холодной прокатки образца толщиной 7,3 мм сплава 1424 (Al-Mg-Li-Zn) до толщины 1,2 мм с промежуточными радиационными отжигами.

Было проведено электронно-микроскопическое исследование подвергаемых холодной прокатке образцов в двух состояниях: 1) *после* операций *радиационного отжига*, используемых в ходе прокатки (в всех случаях использовался режим кратковременного нагрева пучком ионов Ar⁺ до 450 °С при E = 40 кэВ, j = 400 мкА/см²,

режим нагрева показан на рис. 2.6), а также 2) *подвергнутых холодной прокатке* после использования радиационного отжига. Приведем отдельные результаты.

Электронно-микроскопическое исследование подвергнутого радиационному отжигу образца сплава 1424 толщиной 2,2 мм (после 4 прокаток с промежуточными радиационными отжигами и проведенного после этого радиационного отжига в вышеуказанном режиме) показало, что в нем формируется неоднородная зеренная структура. Наблюдается рекристаллизованная структура. Фрагмент рекристаллизованных зерен с прямолинейными границами и их тройные стыки демонстрируются на рис. 5.16 *а*. После облучения в зернах выявляются плотные сплетения дислокаций.

В отдельных участках образца внутри зерен произошло перераспределение дислокаций, сопровождающееся образованием структуры типа ячеистой, где сплетения дислокаций являются границами свободных от них областей (рис. 5.16 *б*). Кроме того, существуют участки, в которых перераспределение дислокаций привело к формированию субзеренной структуры (рис. 5.16 *в*). Диаметр субзерен колеблется от 4-х до 0,4 мкм. Вместе с тем, в объеме субзерен и прилегающих к ним областям наблюдаются сплетения дислокаций.

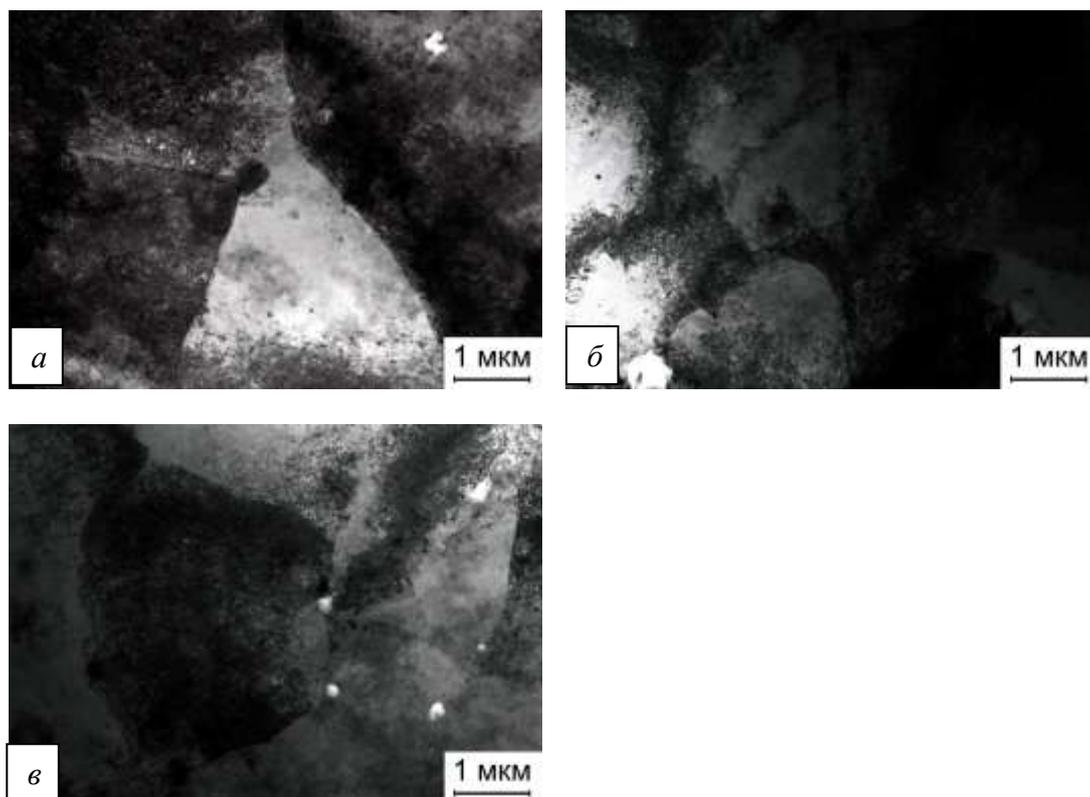


Рис. 5.16. Светлопольные изображения рекристаллизованных зерен (*а*), ячеистой структуры (*б*) и субзеренной структуры (*в*) в сплаве 1424 после пяти облучений и четырех прокаток; центральная часть поперечного сечения образца.

В ряде участков образца обнаружены крупные частицы, имеющие равноосную или близкую к ней форму. Их диаметр достигает 1 мкм. Эти частицы либо располагаются отдельно друг от друга (рис. 5.17 а), либо образуют обширные скопления (рис. 5.17 б). На основании расчета их межплоскостных расстояний по дополнительным рефлексам на соответствующих электронограммах, одна из которых приведена на рис. 5.17 в, установили, что они имеют состав, близкий интерметаллидной фазе $Mg_{51}Zn_{20}$ с орторомбической решеткой.

Вблизи крупных частиц на электронно-микроскопических изображениях сплава видны дисперсные сферические частицы диаметром 20-30 нм (рис. 5.17 а). На электронограммах с этих частиц выявляются яркие сверхструктурные рефлексы типа (110), а на темнопольных изображениях в этих рефлексах – сферические частицы с упорядоченной внутренней структурой (рис. 5.17 г). Полученные результаты указывают на то, что обнаруженные частицы являются хорошо известными дисперсоидами $Al_3(Zr,Sc)$.

Помимо сверхструктурных рефлексов, на электронограммах видны дополнительные рефлексы, которые, как показал расчет межплоскостных расстояний, соответствуют фазе Al_2LiMg (рис. 5.17 д). На темнопольных изображениях в этих рефлексах заметны колонии частиц пластинчатой формы длиной 10-15 нм.

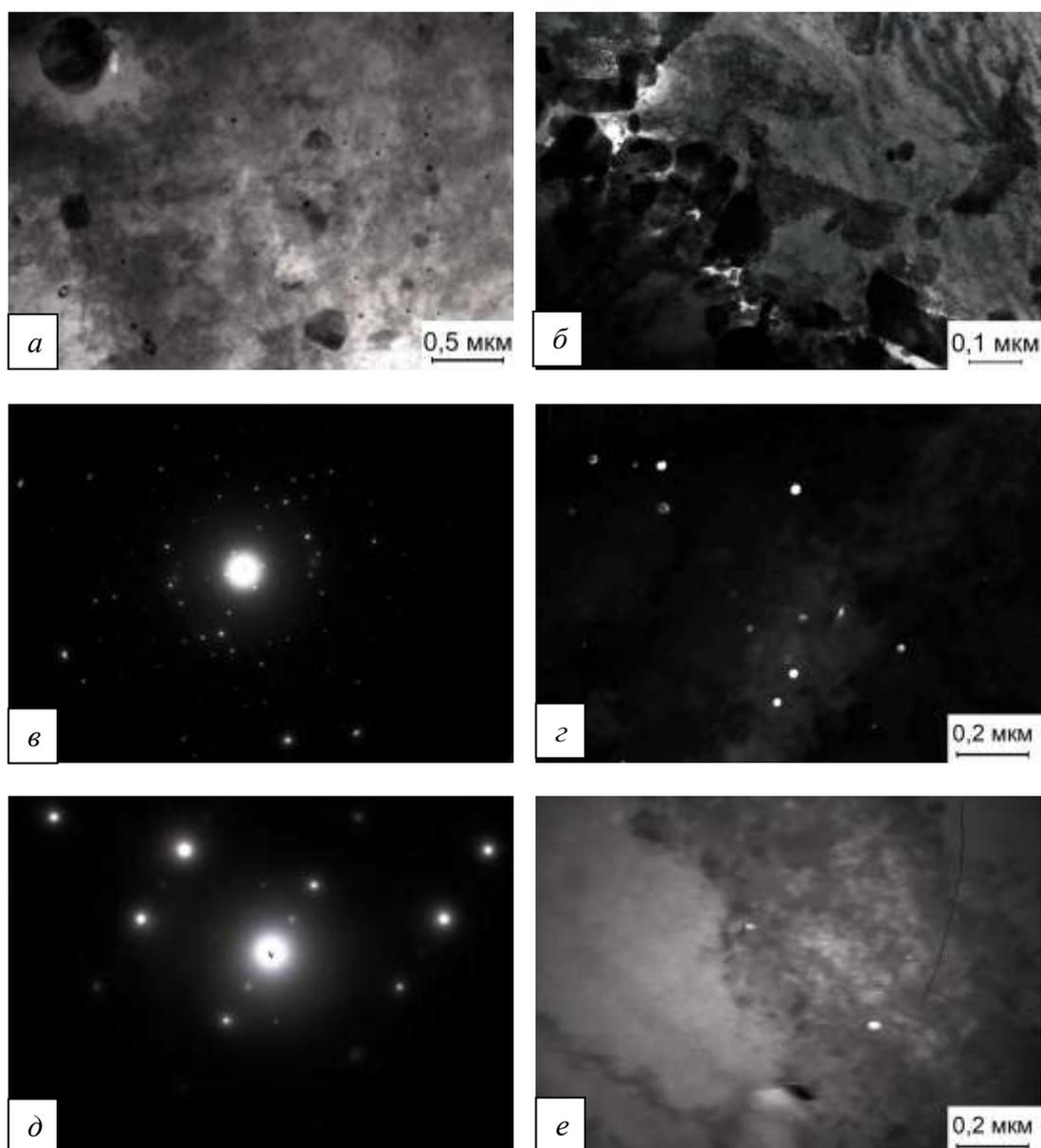


Рис. 5.17. Микроструктура сплава 1424 после четырех прокаток и последующей ионно-лучевой обработки; в центральной части поперечного сечения образца: а, б – светлопольные изображения интерметаллидов, их скоплений и дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$; в – электронограмма с рефлексами фазы $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$; г – темнопольное изображение дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$; д - электронограмма с рефлексами фазы Al_2LiMg , е – темнопольное изображение рефлексах S-фазы

Последующая холодная прокатка сплава 1424, отожженного в ходе ионно-лучевой обработки (микроструктура которого в результате отжига приведена выше, рис. 5.17) привела к тому, что во всем объеме образца сформировалась ячеистая структура, где свободные от дислокаций области разграничены их плотными сплетениями. Электронно-микроскопические изображения различных участков образца приведены на рис. 5.18 а, б.

Видно, что ячеистая структура неоднородна, она различается как по размеру свободных от дислокаций областей, так и по ширине их границ. Так, диаметр этих областей колеблется от 0,5 до 3 мкм и более, а средняя ширина границ – от 0,3 до 1 мкм.

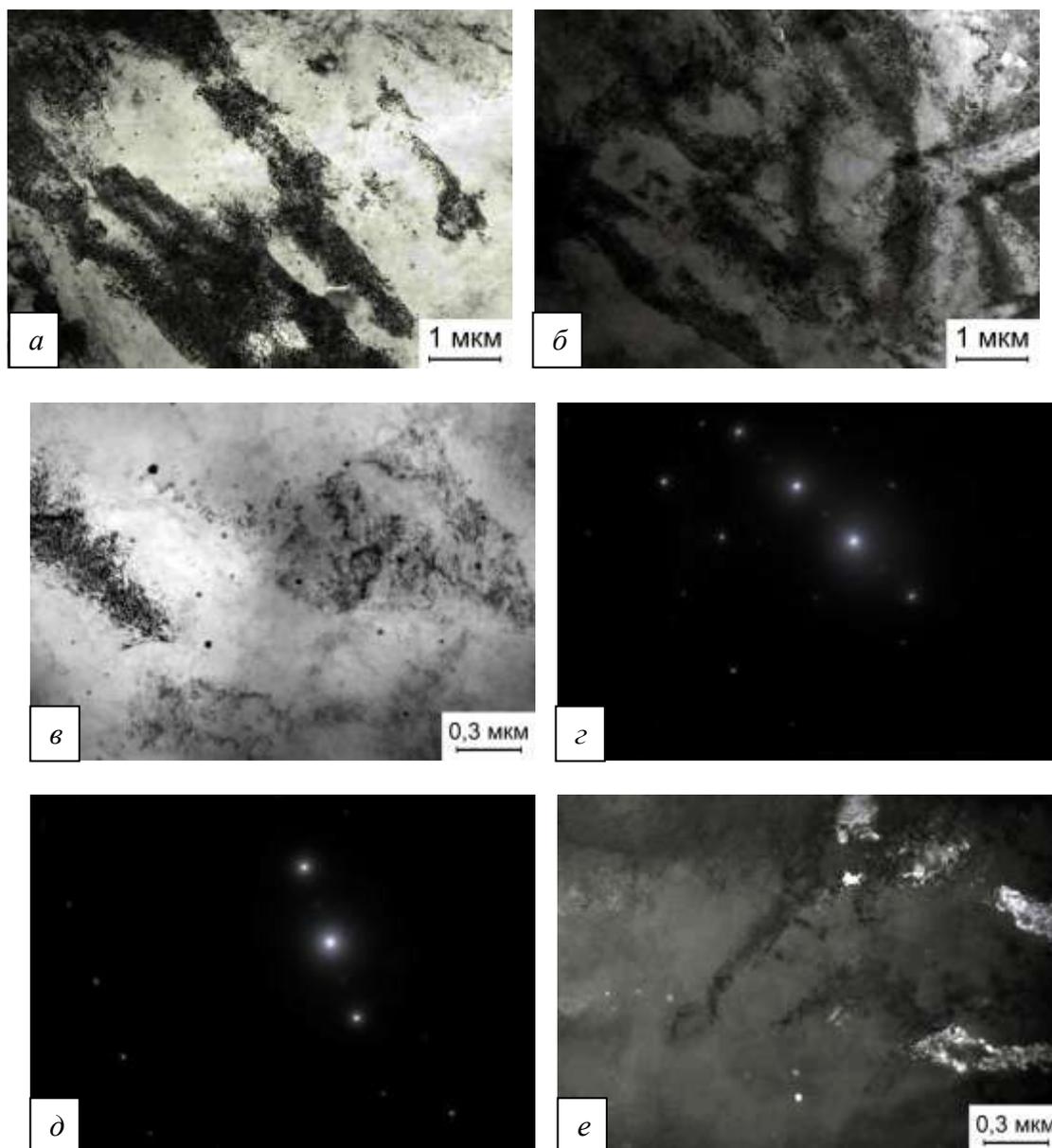


Рис. 5.18. Микроструктура сплава 1424 после пяти облучений и пяти прокаток; в центральной части поперечного сечения образца: а, в – светлопольные изображения ячеистой структуры и дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$; г, д – электронограммы со сверхструктурными рефлексами, г – ось зоны $[100]_{\text{Al}}$, д – ось зоны $[110]_{\text{Al}}$; е – темнопольное изображение дисперсоидов в рефлексе $(010)_{\text{Al}}$.

В объеме ячеек наблюдаются дисперсоиды $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ сферической формы диаметром до 20 нм (рис. 5.18 а, в). Как уже было многократно отмечено выше, они имеют упорядоченную внутреннюю структуру, что подтверждает наличие на

соответствующих электронограммах сверхструктурных рефлексов типа (100), (110) (рис. 5.18 г, д). Темнопольное изображение дисперсоидов в рефлексе (010) приведено на рис. 5.18 е.

Следует отметить, что после рассматриваемой обработки практически не наблюдается выявленных ранее после радиационного отжига интерметаллидов $Mg_{51}Zn_{20}$ и фазы Al_2LiMg .

Выводы

1. Установлено, что облучение ионами Ag^+ с энергией 40 кэВ холоднодеформированного сплава 1424 флюенсом $3 \cdot 10^{17}$ см² и более обеспечивает протекание процессов рекристаллизации во всем объеме образцов толщиной 7,3 мм. Это приводит к существенному разупрочнению сплава. Полученный *уровень свойств* в результате кратковременного облучения сплава пучками ускоренных ионов *соответствует регламентируемому уровню*, при котором сплав может быть подвергнут холодной прокатке. При этом время облучения значительно меньше длительности отжига (1-2 ч) и составляет всего лишь несколько минут. Следует отметить, что в ходе облучения осуществляется кратковременный непрерывный разогрев образцов ионным пучком до 450°C, без выдержки при этой температуре.

2. Эксперименты по нагреву холоднодеформированных образцов сплава 1424 в муфельной печи с точным воспроизведением режима нагрева ионным пучком с последующим исследованием их структуры и фазового состава показали, что при кратковременном термическом отжиге существенные изменения структуры холоднокатаных образцов сплава 1424 не наблюдаются. Это свидетельствует о существенной роли радиационно-динамического воздействия пучков ионов на исследуемый сплав.

3. На основе результатов проведенных исследований в работе была выполнена холодная прокатка листов сплава 1424 с использованием радиационного отжига вместо трудоемких технологических операций выдержки в селитровой ванне (аналогичных нагреву под закалку).

4. Высокая скорость радиационного отжига, протекающего в течение нескольких секунд облучения (с учетом перспектив дальнейшего повышения примерно на порядок мощности ионного источника, а также использования батареи источников и встречных пучков ионов), открывает возможность восстановления пластичности движущихся полос

алюминиевых сплавов ленточными пучками ионов (при перемотке из рулона в рулон). Это позволит, кроме того, значительно увеличить выход годного металла, а также снизить энергоемкость (за счет исключения печного отжига) и трудоемкость процесса [171].

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Впервые в результате анализа спектральной плотности энергетической светимости чистых металлов экспериментально *определены температуры* наноразмерных областей термализованных каскадов атомных смещений (термических пиков) в W, Zr, Fe, а также технически чистом Al и сплаве 1424 в зависимости от параметров облучения.

2. Установлено достаточно хорошее согласие результатов *численного моделирования* объемной плотности энерговыделения в термализованных каскадах атомных смещений и данных *эксперимента*. Экспериментально подтверждена обнаруженная ранее на основе расчетов тенденция к увеличению плотности энерговыделения (и соответствующей температуры термического пика) с *уменьшением* энергии ускоренного иона. Это связано с опережающим *ростом* объема каскада по отношению к энергии порождающего каскад иона.

3. Полученные экспериментальные данные подтверждают предсказываемый теорией факт формирования наноразмерных (диаметром порядка 10 нм) зон взрывного энерговыделения вблизи поверхности мишеней в ходе ионной бомбардировки. Скорость энерговыделения (порядка 10^{17} Вт/см³) сопоставима со скоростью выделения энергии при ядерном взрыве.

4. Оцененные на основе полученных данных давления в области термических пиков в изученных металлах достигают значений ~ 4 -10 ГПа. Это свидетельствует о возможности генерации наноразмерными областями термализованных каскадов послекаскадных решеточных волн сжатия.

Последнее может быть использовано на практике для *перестройки неравновесных* сред. В частности, это касается возможности модификации структуры и свойств *метастабильных* промышленных алюминиевых сплавов в результате суперфинишной обработки пучками ускоренных ионов (холоднодеформированного металла, сплавов на основе алюминия, содержащих неравновесные интерметаллиды кристаллизационного происхождения, дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов и т.д.).

5. Получены данные об изменении дислокационной, субзеренной, зеренной, интерметаллидной структуры и механических свойств листов сплавов ВД1, Д16 системы Al-Cu-Mg (толщиной 2-3 мм), а также трудно отжигаемого термически сплава 1424 системы Al-Mg-Li-Zn (толщиной 7,3 мм) в исходном (холоднодеформированном) состоянии и в состояниях после одностороннего облучения пучками ускоренных ионов Ar^+ в различных режимах.

Установлены режимы ионно-лучевой обработки указанных сплавов, обеспечивающие их максимальное разупрочнение. Полученный *уровень свойств* соответствует *регламентированному уровню*, при котором сплавы могут быть подвергнуты холодной прокатке.

6. Установлено, что в результате воздействия ускоренных ионов Ag^+ на *холоднодеформированный* сплав Д16 в зависимости от режима облучения могут быть обеспечены *различные свойства*, а именно: 1) при относительно невысоком флюенсе $\sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ имеет место изменение относительного удлинения (\sim в 2 раза при постоянстве прочностных характеристик), 2) при последующем увеличении флюенса до $\sim 7,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ достигается увеличение относительного удлинения в 4,5 раза, предел текучести уменьшается на 110 МПа, что аналогично *отожженному* состоянию (но при более высоком значении предела прочности) и 3) при облучении флюенсом $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ формируемые свойства сплава Д16 близки к свойствам *закаленного* состояния.

Различие структурных изменений, преимущественно на конечных стадиях термического и радиационного отжига, дает дополнительные возможности управления структурой и свойствами алюминиевых сплавов.

7. С целью верификации результатов работы успешно реализована холодная прокатка полос толщиной 7,3 мм алюминиевого сплава 1424 до толщины 1,2 мм с помощью кратковременных промежуточных радиационных отжигов (ускоренными ионами Ag^+ , 20-40 кэВ) взамен применяемых для этого в ходе холодной прокатки сложных технологических операций листной обработки, включающих операции выдержки в селитровой ванне (аналогичные нагреву под закалку).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Радиационно-динамическое воздействие с характерным временем взрывного энерговыделения, составляющим порядка 10^{-12} с (время термализации каскада), является по существу безальтернативным способом инициирования самораспространяющихся структурно-фазовых превращений в метастабильных средах. Это позволяет модифицировать их структуру и свойства.

Действительно, если использовать для этого химический взрыв с характерным временем порядка 10^{-5} с, то в соответствии с неравенством (2) необходимо увеличить размеры зоны объемного энерговыделения ($d_0=2R_0$) до нескольких сантиметров и мощность энерговыделения до уровня, сравнимого с воздействием боевых зарядов либо метеоритов. Очевидно, что такие масштабы воздействия неприемлемы для рассматриваемых нами целей.

Различные виды корпускулярного излучения, за исключением частиц с массой, меньшей массы нуклона, образуют *зоны взрывного энерговыделения* в конденсированных средах с *эмиттацией* ударных волн. Плотность энергии в этих зонах может превышать 0,5 эВ/ат. При этом уносимая ударной волной энергия достаточна для инициирования перехода метастабильных сред в состояние с более низкой свободной энергией.

Даже при относительно небольшом положительном балансе фазового перехода ($\Delta F' \sim (0.01-0.1)\Delta f$), корпускулярное облучение может инициировать самоподдерживающиеся (самораспространяющиеся) в среде фазовые превращения на фронте послекаскадных наноразмерных ударных волн. Такие превращения объясняют природу «эффекта малых доз»¹⁶ и динамических «эффектов дальнего действия» при облучении.

Генерируемые облучением ударно-волновые процессы и фазовые превращения, описываемые уравнениями гидродинамики [6], а также инициируемые распространением волн процессы структурных перестроек типа цепных реакций (связанных с разблокировкой дислокаций, аннигиляцией различных типов дефектов и т.п.) относятся к *радиационно-динамическим* эффектам (процессам) в отличие от хорошо изученных *радиационно-стимулированных* миграционных процессов.

Пластическое *течение* материала на фронте волн сжатия волн может являться альтернативой диффузионному массопереносу в конденсированных средах. Подвижность атомов возрастает также за счет понижения энергии активации процесса *миграции* атомов

¹⁶ Эффект заключается в изменении свойств материалов, подвергаемых облучению, уже при крайне незначительном числе смещений на атом.

(вплоть до безактивационного) в результате радиационной тряски решетки эмиттируемыми волнами сжатия и разрежения.

Радиационно-динамическое воздействие излучений на метастабильные среды позволяет предложить *операцию радиационного отжига* конденсированных сред (в качестве *альтернативы* печному отжигу). Эффективность такого отжига доказана экспериментально на примерах восстановления пластичности алюминиевых сплавов (снятие нагартовки).

Состояния, достижимые при радиационном отжиге, могут существенно отличаться от состояний, формирующихся при печном отжиге, что открывает новые *возможности управления* свойствами материалов. Радиационный отжиг требует существенно меньших затрат энергии, значительно меньшего времени обработки и протекает при существенно (на 50-200 К) более низких температурах.

Результаты выполненного исследования свидетельствуют о том, что радиационный отжиг может оказаться эффективным даже в том случае, когда традиционный печной отжиг не позволяет восстановить пластичность некоторых сплавов.

Это продемонстрировано в настоящей работе на примере сплава 1424 (Al-Mg-Li-Zn) для аэрокосмической техники, разработанного в ФГУП «ВИАМ» (г. Москва), относящегося к сплавам третьего поколения. В то время как термическая обработка для восстановления его пластичности является достаточно сложной и трудоемкой (полистная обработка в солевом растворе), ее может заменить кратковременный радиационный отжиг в течение нескольких десятков секунд.

При реализации соответствующих НИР и ОКР с целью создания на порядок более мощного ионного источника, и разработки оптимальных технологических режимов ионно-лучевого воздействия, может быть реализована технология рулонной прокатки этого сплава (при перемотке из рулона в рулон), которую не удастся осуществить с помощью термического отжига.

Следует подчеркнуть, что радиационный отжиг пучками ускоренных ионов не приводит к активации сплавов (т.е. к появлению наведенной радиоактивности). Он является абсолютно экологически чистым и существенно более экономичным по сравнению с традиционными видами обработки [171].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Диденко А.Н. Воздействие пучков заряженных частиц на поверхность металлов и сплавов / А.Н. Диденко, А.Е. Лигачев, И.Б. Куракин. – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 184 с.
2. Диденко А.Н. Эффекты дальнего действия в ионно-имплантированных металлических материалах / А.Н. Диденко, Ю.П. Шаркеев, Э.В. Козлов, А.И. Рябчиков. – Томск: Изд-во НТЛ, 2004. – 328 с.
3. Анищик В.М. Модификация инструментальных материалов ионными и плазменными пучками / В.М. Анищик, В.В. Углов. – Минск: БГУ, 2003. – 191 с.
4. Biersack J.P. A Monte Carlo Computer Program for the Transport of Energetic Ions in Amorphous Targets / J.P. Biersack, L.G. Haggmark // Nucl. Instr. & Meth. – 1980. – V. 174. – P. 257-269.
5. Dremov V.V. Monte Carlo + molecular dynamics modeling of radiation damages in Pu / V.V. Dremov [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2007. – V. 444-445. – P. 197-2001.
6. Овчинников В.В. Радиационно-динамические эффекты. Возможности формирования уникальных структурных состояний и свойств конденсированных сред / В.В. Овчинников // Успехи физических наук. – 2008. – Т. 178. – № 9. – С. 991-1001.
7. Zhukov V.P. The role of shock wave in low-energy recoil radiation damage / V.P. Zhukov, A.V. Ryabenko // Rad. Eff. – 1984. – V. 82. – № 3/4. – P. 85-95.
8. Жуков В.П. Генерация упругих волн при эволюции пиков смещений / В.П. Жуков, А.А. Болдин // Атомная энергия. – 1987. – Т. 63. – № 6. – С. 375-379.
9. Структурные особенности алюминиевого сплава 1441, подвергнутого облучению ионами Ag^+ / В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, Ф.Ф. Махинько, Л.С. Чемеринская, А.Р. Школьников, С.М. Можаровский, А.В. Филиппов, Л.И. Кайгородова // Известия вузов. Физика. – 2007. – № 2. – С. 73-81.
10. Изменение механических свойств и структуры алюминиевого сплава АМг6 (Al-Mg) после облучения ионами Ag^+ и после термического отжига / В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, С.М. Можаровский, А.В. Филиппов, В.В. Сагарадзе, Н.Ф. Вильданова // Известия вузов. Физика. – 2008. – № 11/2. – С. 56-61.
11. Буренков А.Ф. Пространственные распределения энергии, выделенной в каскаде атомных столкновений в твердых телах / А.Ф. Буренков, Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, М.М. Темкин. – М.: Энергоиздат, 1985. – 248с.
12. Риссел Х. Ионная имплантация / Х. Риссел, И. Руге: Пер. с нем. под ред. М.И.

Гусевой. – М.: Наука, 1983. – 360 с.

13. Овчинников В.В. Имплантация ускоренных ионов в вещество / В.В. Овчинников // Методическое пособие. – Издание УГТУ, 1999. – 21 с.

14. Овчинников В.В. От проблем радиационной защиты и радиационной стойкости к технологиям радиационной обработки материалов / «Электрофизика на Урале: четверть века исследований» под ред. В.Г. Шпака. – Екатеринбург: УрО РАН, 2011. – 456 с.

15. Гусева М.И. Ионная имплантация в металлах / М.И. Гусева // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1982. – № 4. – С. 27-50.

16. Гусева М.И. Ионная имплантация в неполупроводниковые материалы / М.И. Гусева // Итоги науки и техники. Сер. Пучки заряженных частиц и твердое тело. Физические основы лазерной и пучковой технологии. – М.: ВИНТИ, 1984. – Т. 5. – С. 5-54.

17. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками / Под ред. Дж.М. Поута, Г. Фоти, Д.К. Джекобсона; пер. с англ. под ред. А. А. Углова. – М.: Машиностроение, 1987. – 424 с.

18. Ovchinnikov V.V. Change of electrical properties of alloys and excitation of low-temperature atom mobility by ion bombardment / V.V. Ovchinnikov, V.I. Chernoborodov, Yu.G. Ignatenko // Nucl. Instrum. and Meth. in Phys. Res. B. – 1995. – V. 103. – P. 313-317.

19. Овчинников В.В. Мессбауэровская спектроскопия ионно-легированных металлов и сплавов / В.В. Овчинников // Металлы. – 1996. – № 6. – С. 104-129.

20. Влияние ионно-лучевой обработки на магнитные свойства магнитомягких материалов / Б.К. Соколов [и др.] // ФММ. – 2000. – Т. 89. – С. 32-34.

21. Комаров Ф.Ф. Ионная имплантация в металлы / Ф.Ф. Комаров. – М.: Metallurgy, 1990. – 216 с.

22. Nastasi M. Ion-Solid Interactions: Fundamentals and Applications / M. Nastasi, J.W. Mayer, J.K. Hirvonen // Cambridge: Cambridge Solid State Science Series, Cambridge University Press, 1996. – 540 p.

23. Kreindel Yu.E. Structural Transformations and Long-Range Effects in Alloys Caused by Gas Ion Bombardment / Yu.E. Kreindel, V.V. Ovchinnikov // Vacuum. – 1990. – V. 42. – N 1/2. – P. 81-83.

24. Goloborodsky B.Yn. Long range effects in FePd₂Au Alloy under Ion Bombardment / B.Yn. Goloborodsky, V.V. Ovchinnikov, V.A. Semenkin // Fusion Technology. – 2001. – V. 39. – P. 1217-1228.

25. Dislocation structures in near-surface layers of pure metals formed by ion implantation / A.N. Didenko [et al.] // Materials Science and Engineering. – 1989. – V. A115. – P. 337-341.

26. Жуков В.П. Расчет пиков смещения в приближении сплошной среды / В.П. Жуков, А.В. Демидов // Атомная энергия. – 1985. – Т. 59. – Вып. 1. – С. 29-33.
27. Chudinov V.G. Kinetics of Diffuse Processes within a Cascade Region in the Sub-Threshold of FCC and HCP / V.G. Chudinov, R.M.J. Cotterill, V.V. Andreev // Metals. Phys. Stat. Sol. (A). – 1990. – V. 122. – P. 111-120.
28. Мартыненко Ю.В. Распыление металла быстрыми многозарядными ионами / Ю.В. Мартыненко, Ю.Н. Явлинский // ЖТФ. – 1990. – Т. 58. – Вып. 6. – С.1164-1171.
29. Ионная имплантация / Под ред. Дж. К. Хирвонена. – М.; Metallurgia, 1985. – 391 с.
30. Распыление под действием бомбардировки частицами. Вып. III Характеристики распыленных частиц, применение в технике : пер. с англ. / Ред. Р. Бериш, К. Витмак. – М.: Мир, 1998. – 551 с.
31. Tholen A.R. Possible wave formation and martensitic transformation of iron particles in cooper single crystals during argon ion bombardment / A.R. Tholen, Chang Li, K. E. Easterling // J. Appl. Phys. – 1983. – V. 54 (2) – P.1067 – 1070.
32. Дефекты и радиационные повреждения в металлах / М. Томпсон; пер. с англ. под ред. В.Е. Юрасова. – М.: Мир. – 1971. –368 с.
33. Быковский Ю.А. Ионная и лазерная имплантация металлических материалов / Ю.А. Быковский, В.Н. Неволин, В.Ю. Фоминский. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 237 с.
34. Кирсанов В.В. Процессы радиационного дефектообразования в металлах / В.В. Кирсанов, А.Л. Суворов, Ю.В. Трушин. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – 272 с.
35. Ионно-лучевая обработка металлов, сплавов и керамических материалов / А.В. Белый [и др.]. – Минск: Физико-технический институт, 1998. – 220 с.
36. Фазовые превращения при облучении / Под ред. В.Ф. Нолфи; пер. с англ. М.Е. Резницкого, В.М. Устинщикова, А.Б. Цепелева под ред. Л.Н. Быстрова. – Челябинск: Metallurgia, 1989. – 312 с.
37. Овчинников В.В. Мессбауэровские методы анализа атомной и магнитной структуры сплавов / В.В. Овчинников. – М.: Физматлит, 2002. – 256 с.
38. Аброян И.А. Физические основы ионного внедрения и изменения свойств поверхности / И.А. Аброян // Известия Академии наук. Серия физическая. – 1996. – Т. 60. – № 7. – С. 62-81.
39. Мартыненко Ю.В. Эффекты дальнего действия при ионной имплантации / Ю.В. Мартыненко // Итоги науки и техники. Сер. Пучки заряженных частиц и твердое тело. – М.: ВИНТИ, 1993. – Т.7. – С. 82-112.
40. Эффект доупорядочения при бомбардировке ускоренными ионами / С.Н. Бородин,

Ю.Е. Крейнделъ, Г.А. Месяц, В.В. Овчинников // Письма в ЖТФ. – 1989. – Т. 15. – Вып. 13. – С. 87-90.

41. Нетепловые фазовые переходы и эффекты дальнего действия при облучении сплавов ускоренными ионами / С.Н. Бородин, Е.Ю. Крейнделъ, Г.А. Месяц, В.В. Овчинников [и др.] // Письма в ЖТФ. – 1989. – Т. 15. – Вып. 17. – С. 51-55.

42. Крейнделъ Ю.Е. Фазовые превращения нетепловой природы и эффекты дальнего действия при бомбардировке сплавов ионами газов / Ю.Е. Крейнделъ, В.В. Овчинников // Физика и химия обработки материалов. – 1991. – № 3. – С. 14-20.

43. Field ion microscopy investigation of the disorder-to-order transformation in FePd₂Au after bombardment by Ar⁺ ions / N.N. Syutkin, V.V. Ovchinnikov, E.F. Talantsev, V.I. Chernoborodov // Philosophical Magazine A. – 1994. – V.70. – № 3. – P. 439-445.

44. The formation of extraordinary magnetic states in an iron-nickel alloy with b.c.c.-f.c.c transitions induced by ion irradiation / V.V. Ovchinnikov [et al.] // Surface and Coating Technology. – 1994. – V. 64. – P. 1-4.

45. Investigation of effect of irradiation with gaseous and metallic ions on atomic structure of alloy Fe+15 at.% Cr. / V.V. Ovchinnikov, B.Yu. Goloborodsky, N.V. Gushchina [et al.] // Processing 6th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, Tomsk, 2002. – P. 212-216.

46. Enhanced Atomic Short-Range Ordering of Alloy Fe-15 at.% Cr Caused by Ion Irradiation at Elevated Temperature and Thermal Effects Only / V.V. Ovchinnikov, B.Yu. Goloborodsky, N.V. Gushchina, V.A. Semionkin, E. Wieser // Appl.Phys.A. – 2006. – V. 83. – P. 83-88.

47. Исследование закономерностей α (ОЦК) \rightarrow γ (ГЦК) превращения в сплаве Fe + 8,25 ат. % Mn в ходе ионного облучения / В.В. Овчинников, Б.Ю. Голобородский, Н.В. Гущина [и др.] // Труды VI Междунар. конф. по модификации материалов пучками частиц и плазменными потоками, Томск, 2002. – С. 292-296.

48. Изучение радиационно-динамических эффектов в сплаве Fe + 8,25 at.% Mn при комбинированном электромагнитном и ионном облучении / В.В. Овчинников, Б.Ю. Голобородский, Н.В. Гущина [и др.] // Труды XIII Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, 2003. – М.: НИИ ПМТ МГИЭМ (ТУ), 2003. – С. 587-591.

49. Быков В.Н. Эффект дальнего действия при ионном облучении / В.Н. Быков, В.Г. Мальнкин, В.С. Хмелевская // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 1989. – Вып. 3(50). – С. 45-52.

50. Хмелевская В.С. Неравновесные состояния и локальная перестройка кристаллической решетки, индуцированные ионным облучением / В.С. Хмелевская, В.С. Крапошин, В.Г. Малышкин // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 1998. – № 6. – С. 95-101.
51. Хмелевская В.С. Эффект дальнего действия как проявление коллективного взаимодействия в облучаемой металлической системе / В.С. Хмелевская, В.Г. Малышкин, М.Ю. Канунников // Поверхность. – 2003. – №7. – С. 66-70.
52. Хмелевская В.С. “Эффект дальнего действия” в материалах различной природы / В.С. Хмелевская, И.А. Антошина, М.Н. Кордо // ФММ. – 2007. – Т. 103. – №6. – С. 652-656.
53. Морозов Н.П. Глубокое проникновение радиационных дефектов из ионно-имплантированного слоя в объем полупроводников / Н.П. Морозов, Д.И. Тетельбаум // Физика и техника полупроводников. – 1983. – Т. 17. – Вып. 5 – С. 838-842.
54. Эффект дальнего действия при ионном облучении металлических фольг / П.В. Павлов [и др.] // Металлы. – 1993. – №3. – С. 78-83.
55. Дальнее действие в металлах и полупроводниках при ионном облучении / П.В. Павлов [и др.] // Высокочистые вещества. – 1993. – № 4. – С. 26-31.
56. Pogrebnjak A.D. Increased microhardness and positron annihilation in Al exposed to a high-power ion beam / A.D. Pogrebnjak, Sh.M. Ruzimov // Phys. Lett. A. – 1987. – V. 120. – № 5. – P. 259-262.
57. Повышение циклической прочности металлов и сплавов методом ионной имплантации / Б.Г. Владимиров [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1982. – № 7. – С. 139-147.
58. Дислокационные структуры приповерхностных слоев чистых металлов после ионной имплантации / А.Н. Диденко [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1989. – № 3. – С. 120-131.
59. Эволюция свойств поликристаллических металлов (на примере пленок Fe, Ni и фольг пермаллоя) при ионной имплантации / Е.В. Курильчик [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1992. – № 4. – С. 102-107.
60. Тетельбаум Д.И. Закономерности дальнего действующего влияния ионного облучения на микротвердость экранированных фольг пермаллоя / Д.И. Тетельбаум, Е.В. Курильчик, Е.Е. Доценко // Вестник Нижегородского университета. Сер. Физика твердого тела. – 1998. – Вып. 2 – С. 140-150.
61. О механизме малодозного эффекта дальнего действия / Д.И. Тетельбаум [и др.] // Изв. РАН. Сер. физ. – 2000. – Т. 64. – № 4. – С. 726-731.
62. Дальнее действующее знакопеременное изменение микротвердости металлических

фольг при ионном и световом облучениях / Д.И. Тетельбаум [и др.] // Поверхность. – 2003. – № 4. – С. 67-69.

63. О механизме эффекта дальнего действия при облучении твердых тел / Д.И. Тетельбаум [и др.] // Изв. РАН. Сер. физ. – 1996. – Т. 60. – № 4. – С. 210-212.

64. Влияние экранирования на эффект дальнего действия при ионном облучении металлических фольг / Д.И. Тетельбаум [и др.] // Металлы. – 1996. – № 5. – С. 114-116.

65. Тетельбаум Д.И. Об энергетическом пороге эффекта дальнего действия при ионном облучении тонких фольг металлов / Д.И. Тетельбаум, Е.В. Курильчик // Высокочистые вещества. – 1995. – № 2. – С. 98-100.

66. Dearnaley G. The Effects of ion implantation upon the mechanical properties of metals and cemented carbides / G. Dearnaley // Rad. eff. – 1982. – V. 63. – P. 1-15.

67. Dearnaley G. The alteration of oxidation and related properties of metals by ion implantation / G. Dearnaley // Nucl. Inst. and Meth. – 1981. – V. 182/183. – **Part 2.** – P. 899-919.

68. Hubler G.K. Application of ion-implantation to wear protection of materials / G.K. Hubler, F.A. Smidt // Nucl. Inst. and Meth. – 1985. – № 7/8. – P. 151.

69. Мартыненко Ю.В. Утечка трития в термоядерном реакторе / Ю.В. Мартыненко, Ю.Н. Явлинский // Атомная энергия. – 1985. – Т.58. – Вып.2. – С. 111-113.

70. Успенская Г.В. Изменение межплоскостных расстояний в глубоких слоях кремния при бомбардировке ионами средних энергий / Г.В. Успенская, В.М. Генкин, Д.И. Тетельбаум // Кристаллография. – 1973. – Т. 18. – Вып. 2. – С. 363-366.

71. Массоперенос в монокристаллах молибдена и карбида кремния при облучении низкоэнергетическими ионами тлеющего разряда / А.А. Бабад-Захряпин [и др.] // Атомная энергия. – 1980. – Т. 48. – С. 98-100.

72. Поверхность вольфрама в гелиевой плазме тлеющего разряда / Суворов А.Л. [и др.] // Атомная энергия. – 1982. – Т.2. – Вып. 4. – С. 2-26.

73. Эффект дальнего действия в ионно-имплантированном сплаве Cu_3Au / А.Ю. Бункин [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 1990. – № 4. – С. 171-175.

74. Сюткин Н.Н. Полевая ионная микроскопия ионно-имплантированных сплавов / Н.Н. Сюткин, В.А. Ивченко // Изв. вузов. Физика. – 1994. – № 5. – С. 41-58.

75. Ивченко В.А. Прямые методы исследования атомной структуры планарных дефектов при радиационном и других видах воздействия / В.А. Ивченко // Труды XII Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, 2002. – М.: НИИ ПМТ МГИЭМ (ТУ), 2002. – С. 26-30.

76. Thompson D.A. High density cascade effects / D.A. Thompson // Radiation effects and

defects in solids. – 1981. – V. 56. – № 3-4. – P. 105-150.

77. Дамаск А.С. Точечные дефекты в металлах. / А.С. Дамаск, Дж. Динс. – М.: Мир, 1966. – 305 с.

78. Duguetto D.J. The effect of low energy He⁺ ingestion on the surface structure of ordered Ni-base alloys / D.J. Duguetto, R.C. Krutent // Phil. Mag. – 1971. – V. 24. – № 192. – P. 141-1421.

79. Никитин А.А. / А.А. Никитин, Травина Н. Т., Гусева М. И. [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. - 1984. – Т. 5. - С. 29.

80. The effect of ion implantation on the fatigue properties of polycrystalline copper / A. Kujore [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. – 1981. – V. 182/183. – P 949-958.

81. Имплантация ионов азота в сталь 12Х18Н10Т в условиях механического нагружения / Г.В. Гордеева [и др.] // Атомная энергия. – 1990. – Т. 68. – Вып. 3. – С. 210-211.

82. Мартыненко Ю.В. Ускорение диффузии ионно-имплантированной примеси при больших дозах / Ю.В. Мартыненко, П.Г. Московкин // ЖТФ. – 1986. – Т. 61. – Вып. 1. – С. 179-180.

83. Matthews LM. Transmission electron microscopy of carbon-implanted {111} copper surfaces / L.M. Matthews, C.A.V. Ball // J. Appl. Phys. – 1987. – V. 61. – No. 6. – P. 2166-2169.

84. Структурные изменения в приповерхностных и глубинных слоях меди под действием плазмы газового разряда / Э.В. Козлов [и др.] // Цветные металлы. – 1991. – № 7. – С. 53.

85. Формирование дефектной структуры при воздействии на металлы плазмы газового разряда / Э.В. Козлов [и др.] // Известия вузов. Физика. – 1992. – № 1. – С. 14-19.

86. Эволюция дислокационной структуры при обработке металлов и сплавов в плазме газового разряда / Н.А. Попова [и др.] // Эволюция дислокационной структуры. Упрочнение и разрушение сплавов. – Томск: Изд-во Том. ун-та. – 1992. – С. 107-115.

87. Козлов Э.В. Физическая картина модификации поверхностных слоев и объема металла при воздействии низкоэнергетической плазмы / Э.В. Козлов, И.В. Терешко, Н.А. Попова // Известия вузов. Физика. – № 5. – 1994. – С. 127-140.

88. Дислокационные структуры приповерхностных слоев чистых металлов после ионной имплантации / А.Н. Диденко [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1989. – № 3. – С. 120-131.

89. Шаркеев Ю.П. Модификация микроструктуры и механических свойств чистых металлов ионными пучками высоких энергий / Ю.П. Шаркеев, Г.В. Пушкарева, А.И. Рябчиков // Известия вузов. Черная металлургия. – 1990. – № 10. – С. 90-91.

90. Мартыненко Ю.В. Механизмы изменения глубоких слоев твердого тела при ионной бомбардировке / Ю.В. Мартыненко, П.Г. Московкин // Поверхность, физика, химия, механика. – 1991. – № 4. – С. 44-50.
91. Мартыненко Ю.В. Эффект дальнего действия и перенос энергии в твердых телах при ионной бомбардировке / Ю.В. Мартыненко, П.Г. Московкин // Неорганические материалы. – 1998. – Т. 34. – № 9. – С. 1142-1144.
92. Эффект дальнего действия в металлах при ионной имплантации / Шаркеев Ю.П. [и др.] // Металлы. – 1998. – № 1. – С. 109-115.
93. Структурные изменения глубинных слоев материала после модификации ионными пучками и природа его упрочнения / А.Н. Диденко [и др.] // ДАН СССР. Сер. тех. физ. – 1987. – Т. 296. – № 4. – С. 869-871.
94. Microstructure of the near-surface layers of ion-implanted polycrystalline Cu / A.N. Didenko [et al.] // Surface and Coatings Technology. – 1992. – V. 56. – P. 11-17.
95. Ионная имплантация и «эффект дальнего действия» в поликристаллическом α -Fe / А.Н. Диденко [и др.] // Металлы. – 1993. – № 3. – С. 122-129.
96. Шаркеев Ю.П. Дислокационные структуры и упрочнение ионно-имплантированных металлов и сплавов / Ю.П. Шаркеев, А.Н. Диденко, Э.В. Козлов // Известия вузов. Физика. – 1994. – № 5. – С. 92-108.
97. Дислокационная структура в крупнозернистой меди после ионной имплантации / Шаркеев Ю.П. [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 1996. – № 4. – С. 14-20.
98. The mechanisms of the long-range effect in metals and alloys by ion implantation / Sharkeev Yu.P. [et al.] // Surface and Coatings Technology. – 1996. – V. 83. – P. 15-21.
99. Ovchinnikov V.V. Mössbauer Analysis of the Atomic and Magnetic Structure of Alloys / V.V. Ovchinnikov // Cambridge, UK, 2006. – 248 p.
100. Влияние упругих волн, возникающих при ионной бомбардировке, на структурное совершенство полупроводниковых кристаллов / П.В. Павлов [и др.] // Физика и техника полупроводников. – 1986. – Т. 20. – Вып. 3. – С. 503-507.
101. Семин Ю.А. Усиление генерируемых ионной бомбардировкой упругих волн при распространении в кристалле с кластерами дефектов / Ю.А. Семин, В.Д. Скупов, Д.И. Тетельбаум // Письма в ЖТФ. – 1988. – Т. 14. – Вып. 3. – С. 273-276.
102. Ударно-акустические эффекты в кристаллах при ионном облучении / П.В. Павлов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 1991. – № 6. – С.53-57.
103. Инденбом В.Л. Новая гипотеза о механизме радиационно-стимулированных процессов // Письма в ЖТФ. – 1979. – Т. 5. – Вып. 8. – С. 489-492.

104. Анализ изменений структурного состояния сплава ВД1 (Al-Cu-Mg-Mn) под воздействием ионного облучения (Ar^+ , $E = 40$ кэВ) методом просвечивающей электронной микроскопии / В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, Ф.Ф. Махинько, Л.С. Чемеринская, А.Р. Школьников, С.М. Можаровский, А.В. Филиппов, Л.И. Кайгородова // Физика металлов и металловедение. – 2008. – т. 105. – № 4. – с. 404-411.
105. Мамонтов А.П. Эффект малых доз ионизирующего излучения / А.П. Мамонтов, И.П. Чернов. – М.: Энергоатомиздат, 2001. – 286 с.
106. Тетельбаум Д.И. Эффект дальнего действия в составных металлических мишенях при малых дозах облучения / Д.И. Тетельбаум, Е.В. Курильчик, Н.Д. Латышева // Неорганические материалы. – 1999. – Т.35. – №4. – С.1-5.
107. Ибрагимов Ш.Ш. Радиационные повреждения металлов и сплавов / Ш.Ш. Ибрагимов, В.В. Кирсанов, Ю.С. Пятилетов. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – 240 с.
108. Свечение поверхности металлических мишеней при облучении ионами низких энергий / В.В. Овчинников, Ф.Ф. Махинько, Н.В. Гущина, В.И. Соломонов, О.А. Снигирева // Труды XV Международного совещания «Радиационная физика твердого тела» под ред. Бондаренко Г.Г. – М.: НИИ ПМТ МГИЭМ. – 2005. – с. 199-202.
109. Лямов В.Е. Физическая энциклопедия. В 5 томах. Главный редактор А.М. Прохоров / В.Е. Лямов, В.М. Левин, Л.А. Чернозатонский // М.: Советская энциклопедия, 1988.
110. Nordlung K. Coherent displacement of atoms during ion irradiation / K. Nordlung, J. Keinonen, M. Ghaly, R.S. Averbach. // Nature. – 1999. – V. 398. № 4. P. 49.
111. Wolfer W. Radiation Effects in Plutonium / W. Wolfer // Los Alamos Science. – 2000. – V. 26. – P. 227.
112. Блейхер Г.А. Тепломассоперенос в твердом теле под воздействием мощных пучков заряженных частиц / Г.А. Блейхер, В.П. Кривообоков, О.В. Пашенко. – Новосибирск: Наука, 1999. – 234 с.
113. О возможности формирования солитонобразных импульсов при ионной имплантации / С.Г. Псахье [и др.] // Письма в ЖТФ. – 1999. – Т. 25. – Вып. 6. – С. 7-12.
114. Ovchinnikov V.V. Self-propagating phase transformations in metastable media induced by ion bombardment / V.V. Ovchinnikov // Proceedings XVI International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Moscow-St.Petersburg, 1994. – SPIE. – V. 2259. – P. 605-608.
115. Овчинников В.В. Структурные фазовые переходы в метастабильных средах на фронте инициируемых ионной бомбардировкой детонационных ударных волн / В.В. Овчинников, М.А. Эркабаев // Труды VII Межнационального совещания "Радиационная физика твердого тела". – М.: НИИ ПМТ при МГИЭМ (ТУ). – 1998. – С. 22-24.

116. Изменение дислокационной структуры и фазового состава сплава АМг6 при облучении ионами Ag^+ с энергией 40 кэВ / А.Р. Школьников, В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, Ф.Ф. Махинько, Л.С. Чемеринская, С.М. Можаровский, В.А. Козловских, Л.И. Кайгородова // Известия Томского политехнического университета. – 2005. – Т. 308. – №7. – С. 58-64.

117. Гапонцева Т.М. Исследование влияния температуры, степени деформации и воздействия ионов аргона на процессы формирования структуры молибдена / Т.М. Гапонцева, Л.М. Воронова, Т.И. Чашухина, Ф.Ф. Махинько, И.Ю. Романов, Н.В. Гущина, В.П. Пилюгин, В.В. Овчинников, М.В. Дегтярев // XIV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-14), 20-26 ноября 2013. С. 64-65.

118. Determination of Type and Degree of Long-Range Order in Fe-Si Steel by the Mossbauer Effect / I.N. Bogachev, S.D. Karakishev, V.S. Litvinov and V.V. Ovchinnikov // Phys. Stat. Sol. (A). – 1974. – V.24. – P. 661-665.

119. Структурные изменения в объеме сплава $Pd_{40}Cu_{60}$ при ионном (Cu^+) облучении / Л.С. Чемеринская, Ф.Ф. Махинько, Н.В. Гущина, В.В. Овчинников, И.Н. Сачков, F. Eichhorn, E. Wieser // Труды IV Международной научной конференции "Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах". – Томск. – 2004. – С. 278-281.

120. Влияние ионного облучения (Ag^+ , Cu^+) на структурные изменения в объеме сплавов $Pd_{1-x}Cu_x$ / Л.С. Чемеринская, В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, Ф. Айхорн, Э. Визер // Известия вузов. Физика. – 2011. – Т. 54. – № 1/3. – С. 311-316.

121. Влияние бомбардировки ускоренными ионами на эффекты термомагнитной обработки ферромагнетиков / В.В. Губернаторов, Т.С. Сычева, Ю.Н. Драгошанский, В.В. Овчинников, В.А. Ивченко // ДАН. – 2006. – Т. 410. – №2. – С. 194-196.

122. Структурная неоднородность и магнитные свойства магнитомягких материалов / Ю.Н. Драгошанский, В.В. Губернаторов, Б.К. Соколов, В.В. Овчинников // Доклады РАН. Техническая физика. – 2002. – Т. 383. – № 6. – С. 761-763.

123. Способ термомагнитной обработки магнитомягких материалов: пат. 2321644 Рос. Федерация / В.В. Губернаторов, Ю.Н. Драгошанский, В.А. Ивченко, В.В. Овчинников, Т.С. Сычева; заявл. 03.08.2006; опубл. 10.04.2008, Бюл. №10. – 6 с.

124. Bolduc M. Giant segregation effect and surface mechanical modification of aluminum alloys by oxygen plasma source ion implantation / M. Bolduc, D. Popovici, B. Terreault // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 2001. – V. 175-177. – С. 458-462.

125. Bourcier R.J. The mechanical response of aluminum implanted with oxygen ions / R.J. Bourcier, S.M. Myers, D.H. Polonis // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 1990. – V. 44. – № 3. – P. 278-288.
126. Ohira S. Oxygen irradiation effect in ion-beam synthesized aluminium oxide layers / S. Ohira, M. Iwaki // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B. – 1990. – V. 46. – P. 413.
127. Structural investigation of Al₂O₃ formed by ion implantation at various doses / Pawar P.S. [et al.] // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 1989. – V. 39. – № 1-4. – P. 670-674.
128. Blawert C. Plasma immersion ion implantation of pure aluminum at elevated temperatures / C. Blawert, B.L. Mordike // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 1997. – V. 127-128. – P. 873-878.
129. Файзрахманов И.А. Структура и прочность имплантированных ионами азота пленок алюминия / И.А. Файзрахманов, В.В. Базаров, И.Б. Хайбуллин // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2001. – № 6. – С. 95-98.
130. Lucas S. Temperature and dose dependences of nitrogen implantation into aluminum / S. Lucas, G. Terwagne, F. Bodart // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 1990. – V. 50. – №1-4. – P. 401-405.
131. Cristóbal M.J. Tribological behaviour of aluminium alloy AA7075 after ion implantation. / Cristóbal M.J., Figueroa R., Mera L., Pena G. // Surface & Coatings Technology. – 2012. – V. 209. – P. 124-130.
132. Thibault S. Corrosion and wear mechanisms of aluminum alloys surface reinforced by multicharged N-implantation / Thibault S., Hugb E. // Applied Surface Science. – 2014. V. 310. – P. 311-316.
133. Углов В.В. Структурно-фазовые изменения в алюминии при имплантации ионов углерода / В.В. Углов, Н.Н. Черенда, В.В. Ходасевич // Физика и химия обработки материалов. – 1999. – № 1. – С. 5-9.
134. Szcancoski J.C. Mechanical and tribological properties of carbon and nitrogen consecutive ion implantation into aluminium / J.C. Szcancoski, C.E. Foerster, F.C. Serbena, T. Fitz, U. Kreißig, E. Richter, W. Möller, C.M. Lepienski, P.C. Soares Jr., C.J. de M. Siqueira // Surface & Coatings Technology. – 2006. – V. 201. P. 1488-1494.
135. Foerster C.E. Carbon ion implantation into aluminium: Mechanical and tribological properties / C.E. Foerster, S.L.R. da Silva, T. Fitz, T. Dekorsy, Prokert F., Kreihig U., Richter E., Möller W., Lepienski C.M., C.J. de M. Siqueira // Surface & Coatings Technology. – 2006. – P. 5210-5219.
136. Фазовый и элементный состав алюминия, имплантированного ионами углерода и азота / В.В. Углов [и др.] // Перспективные материалы. – 2000. – № 4. – С. 69-74.

137. Структурно-фазовые изменения в алюминии при последовательной имплантации ионов углерода и азота / В.В. Углов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2000. – № 2. – С. 12-16.

138. Влияние имплантации ионов бора на фазовый состав, микроструктуру и прочностные характеристики пленок алюминия / И.А. Файзрахманов [и др.] // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2003. – № 10. – С. 109-112.

139. TEM and RBS channeling of nanosized bicrystalline (Pb, Cd) inclusions in Al made by sequential ion implantation / E. Johnson [et al.] // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. B. – 1997. – V. 127-128. – P. 727-733.

140. Модификация Al сплавов мощным ионным пучком при повышенных температурах / В.С. Ковивчак [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 1. – С. 28-30.

141. Анищик В.М. Влияние высокоэнергетических ионов неона на структуру сплава алюминий-марганец / В.М. Анищик, Л.А. Васильева, С.И. Жукова // ФХОМ. – 1998. – № 1 – С. 5-8.

142. Анищик В.М. Эволюция микроструктуры стареющих алюминиевых сплавов при высокоэнергетической ионной имплантации / В.М. Анищик, С.И. Жукова, Л.А. Васильева // Физика и химия обработки материалов. – 1998. – № 6. – С. 9-14.

143. Анищик В.М. Микротвердость сплавов системы алюминий-медь-магний, имплантированных высокоэнергетическими ионами криптона / В.М. Анищик, С.И. Жукова, Н.И. Поляк // Физика и химия обработки материалов. – 1999. – № 6. – С. 9-12.

144. Поляк Н.И. Структурно фазовое состояние и микротвердость сплавов на основе алюминия и меди, имплантированных высокоэнергетическими ионами криптона : автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. – Минск, 2006. – 21 с.

145. Жукова С.И. Влияние высокоэнергетической ионной имплантации на структурно-фазовую стабильность сплава Al-4 вес.% Cu / С.И. Жукова, Н.И. Поляк // Взаимодействие излучений с твердым телом: Материалы V Международной конференции. – Минск, 2003. – С. 148-150.

146. Mitsuda T. Hardening of Al-Cu-Mg alloy by energetic ion irradiation / T. Mitsuda, I. Kobayashi, S. Kosugi, Nao Fujita, Y. Saitoh, F. Hori, S. Semboshi, Y. Kaneno, K. Nishida, N. Soneda // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – V. 408. P. 201-204.

147. Ueyama D. Effects of energetic heavy ion irradiation on hardness of Al-Mg-Si alloys / D. Ueyama, Y. Saitoh, Hori F. Y. Kaneno, K. Nishida, K. Dohi, N. Soneda, S. Semboshi, A. Iwase // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2013. – V. 314. – P. 148-111.

148. Овчинников В.В. Исследование текстуры алюминиевых сплавов после холодной прокатки, отжига и облучения ионами Ag^+ / В. В. Овчинников, Н.В. Гущина, Д.Б. Титоров, Д.В. Титорова, С.М. Можаровский, А.В. Филиппов // ФММ. 2010. Т. 109. № 1. С. 83-92.
149. Исследование изменений структуры, фазового состава и механических свойств деформированного алюминиевого сплава 1960 при имплантации ионов Ag^+ / С.М. Можаровский, В.В. Овчинников, А.А. Клепикова, Н.В. Гущина, Л.И. Кайгородова // Известия вузов. Физика. – 2011. – Т. 54. – № 1/3. – С. 101-106.
150. Колачев Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов. – М.: МИСИС, 2001. – 416 с.
151. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. – Введ. 01-01-1986. – М., 1984. – 35 с.
152. Гаврилов Н.В. Источник интенсивных широких пучков ионов газов на основе разряда с полым катодом в магнитном поле / Н.В. Гаврилов, С.П. Никулин, Г.В. Радковский // Приборы и техника эксперимента. – 1996. – № 1. – С. 93-98.
153. Спектрограф ОС-12. Руководство. 1999.
154. Платунов Е.С. Физика: словарь-справочник / Е.С. Платунов, В.А. Самолетов, С.Е. Буравой. – СПб.: Питер, 2005. – 496 с.
155. Яворский Б.М. Справочник по физике для инженеров и студентов вузов / Б.М. Яворский, А.А. Детлаф, А.К. Лебедев. – 8-е изд. перераб. и испр. – М.: Оникс, : Мир и образование, 2006 – 1056 с.
156. White C.W., Thomas E.W., Van der Weg W.F., Tolk N.H. Inelastic ion surface collisions. North Holland Pub. Co. N.Y., 1997. Chapter 3. P. 106.
157. Kerkov H. Photon emission during bombardment of solid with alkali ion in the energy range between 2-10 keV // Phys. Stat. Solidi. – 1972. – V. 10A. – P. 501-508.
158. Bazhin A.I., Rausch E.O., Thomas E.W. Luminescence induced by ion impact on alkali halide crystal at high temperatures (-160° to 200°) / A.I. Bazhin, E.O. Rausch, E.W. Thomas // Phys. Rev. B. – 1976. – V. 38. – P. 2583-2591.
159. Bazhin A.I. Ion induced luminescence of alkali halides with CN impurity / A.I. Bazhin, E.O. Rausch, E.W. Thomas // J. Chem. Phys. – 1976. – V. 65. – № 10. – P. 3897-3900.
160. Плешивцев Н.В. Физика воздействия ионных пучков на материалы / Н.В. Плешивцев, А.И. Бажин. – М.: Вузовская книга, 1998. – 392 с.
161. Келли Р. Столкновительные, тепловые и электронные процессы ионного распыления / Р. Келли // Новости физики твердого тела. Ионная имплантация в полупроводники и другие материалы: сб. статей. Перевод с англ. под ред. В.С. Вавилова. – М.: Мир, 1980. – 332 с.

162. Овчинников В.В. О зависимости объемной плотности энергии, выделенной в объеме каскада атомных столкновений, от энергии и массы внедряемых ионов / В.В. Овчинников, Н.В. Гущина, А.В. Лузгин // Труды X Межнародного совещания «Радиационная физика твердого тела». – Севастополь, 2000. – С. 391-394.
163. Козловский В.В. Модифицирование полупроводников пучками протонов / В.В. Козловский, В.А. Козлов, В.Н. Ломасов // Физика и техника полупроводников. – 2000. – Т. 34. – Вып. 2. – С. 129-147.
164. Samarin S.I. A hybrid model of primary radiation damage in crystals / S.I. Samarin, V.V. Dremov // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – V. 385. – Issue 1. – P. 83-87.
165. Schweer B. On the Velocity Distribution of Excited Fe-Atoms by Sputtering of Iron / B. Schweer, H.L. Bay // Appl. Phys. A. – 1982. – V. 29. – P. 53-55.
166. White C.W. Continuum optical radiation produced by low-energy heavy particle bombardment of metal targets / C.W. White [et al.] // Nucl. Instr. Meth. – 1976. – V. 132. – P. 419-425.
167. Келли А., Никлсон Р. Дисперсионное твердение. М.: «Металлургия», 1966, 300 с.
168. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов / И.И. Новиков // Учебник. – 2-е изд. – М.: Metallurgy, 1974. – 400 с.
169. Lavernia E.I. Review strength, deformation, fracture behavior and ductility of aluminum – lithium alloys / E.I. Lavernia, T.S. Strivatsan, F.A. Mohamed // J. Mater. Sci. – 1990. – P. 1137 – 1158.
170. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. – М.: Мир, 1972. – 330 с.
171. Способ получения листового проката из алюминиевых сплавов: патент РФ № 2363755 / Овчинников В.В., Гаврилов Н.В., Гущина Н.В., Школьников А.Р., Можаровский С.М., Филиппов А.В.; патентообладатель ОАО «КУМЗ»; пат. поверенный Янц В.К. № 2006143709/02; заявл. 08.12.2006; опубл. 10.08.2009 г. Бюл. № 22; приоритет 08.12.2006 г.