Физический факультет

На правах рукописи

Голубок Дмитрий Сергеевич

СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В АМОРФНОМ МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СПЛАВЕ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ ПОТОКОВ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ИОНОВ И НЕЙТРОНОВ

Специальность 01.04.07. – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук Работа выполнена на кафедре физики твердого тела физического факультета Московского Государственного Университета имени М.В.Ломоносова.

Научный руководитель:	доктор физико-математических наук, профессор А.А.Новакова
Официальные оппоненты:	доктор физико-математических наук, профессор Е.Ф.Макаров доктор физико-математических наук, профессор А.М.Глезер
Ведущая организация:	Московский инженерно-физический институт

Защита состоится «_____ 2007 г. в _____ часов на заседании диссертационного совета К501.001.02 в Московском государственном университете им. М.В.Ломоносова по адресу: 119992 ГСП-2, г. Москва, Ленинские горы, МГУ, физический факультет, аудитория ____.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке физического факультета МГУ им. М.В.Ломоносова.

Автореферат разослан «____» ____2007 года.

Ученый секретарь диссертационного совета кандидат физико-математических наук

И.А.Никанорова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Изучение структурных превращений в таких неравновесных системах, как аморфные металлические сплавы, при их облучении потоками заряженных частиц, способных инициировать различные процессы атомной перестройки за счет передачи энергии бомбардирующих частиц атомам твердого тела, представляет собой большой интерес с двух точек зрения. Во-первых, для радиационной физики твердого тела имеет фундаментальное значение изучение процессов, ответственных за структурно-фазовые превращения в аморфных материалах, известных своей радиационной стойкостью вследствие отсутствия в них дальнего порядка. Во-вторых, механизм передачи энергии (упругое или неупругое взаимодействие, ионизация) можно целенаправленно изменять путем выбора типа и энергии облучающих частиц, что открывает широкие перспективы использования радиационного воздействия, как инструмента технологической обработки.

Помимо этого, для создания надежно работающих энергетических ядерных реакторов чрезвычайно важны исследования по радиационной стойкости конструкционных материалов к облучению нейтронами.

Действие нейтрона при столкновении с атомами мишени заключается либо в образовании атома отдачи с большой энергией (часто десятки или сотни тысяч вольт), либо атома-осколка, возникшего при ядерном превращении или расщеплении. Атомы отдачи в большинстве случаев будут иметь заряд, так как часть их электронов теряется при столкновении. Поэтому можно начинать изучение радиационных воздействий с рассмотрения действия, производимого атомом отдачи, т. е. тяжёлой заряженной частицей. В таком случае воздействие нейтронной радиации принципиально не отличается от действий, непосредственно производимых тяжёлыми заряженными частицами. Другими словами, и здесь решается проблема прохождения тяжёлой заряженной заряженной частицы через твёрдое тело.

Вариация контролируемых параметров облучения, таких как энергия, поток ионов, температура образца, открывает большие возможности для получения принципиально новых материалов с необходимыми свойствами. В случае аморфных металлических систем такая технологическая обработка может изменить их свойства на микро-, нано- и атомном уровне. Тем самым, получение новых материалов с индивидуальными, причем настроенными под определенные технические условия свойствами, можно рассматривать как новый тип нанотехнологий.

Цель работы

Исследование изменений структурного состояния аморфного сплава *Fe*₇₇*Ni*₂*Si*₁₄*B*₇ после облучения высокоэнергетическими ионами и нейтронами.

Научная новизна:

Впервые проведены экспериментальные исследования изменения структурного и магнитного состояния аморфного сплава вдоль траектории прохождения иона облучения до полной его остановки методом селективной по глубине конверсионной мессбауэровской спектроскопии.

Экспериментально выделены и оценены вклады упругих и неупругих взаимодействий высокоэнергетических ионов и нейтронов вдоль их треков в структурную перестройку в аморфном сплаве.

Впервые была обнаружена в приповерхностном слое аморфного металлического сплава в результате облучения медленными нейтронами, кристаллизация с образованием дендритных структур размерами порядка 50-1000 нм.

Практическая ценность:

- 1. Соединение теоретического представления и математических расчетов с экспериментальными исследованиями воздействия высокоэнергетических ионов и нейтронов на аморфные металлические сплавы.
- 2. Впервые выявлены и проанализированы структурные превращения вдоль трека ионов облучения в аморфном сплаве.
- 3. Впервые выявлено дендритообразование в приповерхностной области сплава в результате ядерной реакции захвата медленных нейтронов ядрами атома В с испусканием *α* частиц с энергией E=2,79 МэВ.

Основные положения, вынесенные на защиту:

- 1. Экспериментальное исследование структурных изменений в аморфном сплаве вдоль трека ионов облучения. Разделение влияния упругих и неупругих взаимодействий.
- 2. Изменение структурного состояния по толщине аморфного сплава в зависимости от энергии ионов облучения.
- 3. Рост дендритных структур в приповерхностной области аморфного сплава, индуцированный ядерной реакцией захвата медленных нейтронов ядрами атомов бора.

Апробация работы:

Результаты работы доложены на международных и российских конференциях:

1. VIII Международная конференция «Мессбауэровская спектроскопия и ее применения» (2002г., Санкт-Петербург, Россия).

2. International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Manerials (2002г., Сеул, Южная Корея).

3. Международная конференция «Физика электронных материалов» (2002г., Калуга, Россия)

4. IV Национальная конференция по применению рентгеновского синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ) (2003 г., Москва, Россия).

5. XII Международное совещание «Радиационная физика твердого тела» (2003 г., Севастополь, Украина).

6. 14th International Conference on Solid Compounds of Transition Elements (2003, Линц, Австрия).

7. XV Международное совещание «Радиационная физика твердого тела» (2005 г., Севастополь, Украина).

8. Международный семинар «Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий» (2005, Обнинск, Россия).

9. XIV Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2007» (2007, МГУ Москва, Россия)

Публикации: основные результаты работы опубликованы в 12 печатных работах: 5 статьях и 7 тезисах докладов на международных и всероссийских конференциях.

Структура и объем работы: диссертационная работа изложена на 140 страницах машинописного текста, включая 41 рисунка и 17 таблиц, и состоит из введения, четырех

глав, выводов, списка литературы из 120 наименований. Работа выполнена на кафедре физики твердого тела физического факультета МГУ им М.В. Ломоносова.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследований, формулируется цель диссертационной работы, отмечается научная новизна и практическая ценность полученных результатов. Здесь же приводятся основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор и анализ литературных данных по теме диссертации. Параграф 1.1. обзора посвящен структуре и свойствам аморфных сплавов. Особенности фазовых превращений в аморфных сплавах при нагреве описаны в параграфе 1.2. Параграф 1.3. посвящен обзору экспериментальных работ по влиянию облучения на структуру и свойства аморфных сплавов. В параграфе 1.4. сформулированы поставленные физические задачи исследования.

Во второй главе приведены данные об исследуемых образцах, описана методика выполненных экспериментов.

Исследовался аморфный сплав Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇, который был получен в виде ленты толщиной 20 мкм и шириной 20 мм методом спиннингования. Все дальнейшие исследования, а также облучение образцов проводились с внешней (не примыкающей к барабану) стороны аморфной ленты.

Облучение высокоэнергетическими ионами ⁴⁰Ar, ⁸⁴Kr, ¹³¹Xe, ²⁰⁹Bi образцов аморфного сплава проводилось в вакууме (6*10⁻²Па) при комнатной температуре на ускорителе У-400 Лаборатории ядерных реакций им. Г.Н.Флерова ОИЯИ (Дубна). Все необходимые для расчетов характеристики этих ионов приведены в Таблица 1. Ионный пучок имел однородное распределение по площади образца. В течение облучения производилось охлаждение подложки образца. Дополнительно были облучены образцы аморфного сплава ионами Xe, Bi через фольгу нержавеющей стали, толщиной 13 мкм.

Иоч	Порядковый		Энергия	Поток
ИОН	номер	Атомная масса	Е, МэВ	Φ , ион/см ²
⁴⁰ Ar	18	40	155	$4 \cdot 10^{12}$
⁸⁴ Kr	36	84	253	$4 \cdot 10^{12}$
¹³¹ Xe	54	131	372	$4 \cdot 10^{12}$
²⁰⁹ Bi	83	209	710	4.10^{12}

Таблица 1. Характеристики ионов облучения.

Помимо этого, было проведено облучение образцов данного сплава на импульсном реакторе быстрых нейтронов ИБР-2 Лаборатории нейтронной физики им.И.М.Франка Объединенного института ядерных исследований. Облучение проводилось на установке "РЕГАТА" на канале с пневмопочтой. В таблице 2 представлены энергии E_n нейтронов, замеренные в канале облучения реактора ИБР-2, флюенсы облучения $\Phi_n \times t$ в зависимости от диапазона энергии нейтронов, сечение дефектообразования на быстрых нейтронах σ_d , а также рассчитанная доза повреждений $D_n^{fast} = \sigma_d \times \Phi_n^{fast} \times t$ для нейтронов с $E_n^{fast} > 0,1$ МэВ.

Тип нейтронов	Энергия, <i>Е_n</i> , эВ	$\Phi_n \times t, \times 10^{17} \frac{H}{cm^2}$	$\sigma_d, \frac{cha \times cM^2}{H}$	$D_n^{fast} \times 10^{-5}$, cha
Тепловые	0,01÷0,45	$\Phi_n^{Therm} = 2,1 \times 10^{17}$	-	-
Резонансные	$0,45 \div 10^{5}$	$\Phi_n^{\text{Re}son} = 4,7 \times 10^{17}$	-	-
Быстрые	$10^5 \div 2,0 \times 10^7$	$\Phi_n^{Fast} = 1.8 \times 10^{17}$	$(2 \div 4) \times 10^{-22}$	3,6 ÷ 7,2

Таблица 2. Характеристики нейтронов, замеренные в канале облучения реактора ИБР-2

При взаимодействии медленных (тепловых) нейтронов с веществом, кроме упругих столкновений могут происходить еще и неупругие, а именно: захват нейтронов атомами этого вещества, вероятность которого для каждого элемента характеризуется сечением захвата (см.табл.3).

Таблица 3. Сечения захвата нейтронов $\sigma_{capture}^*$ и сечение упругого рассеяния σ_d нейтронов ядрами химических элементов, входящих в состав аморфного сплава $Fe_{77}Ni_2Si_{14}B_7$ [5].

	1	
Элемент	Сечение упругого	Сечение захвата
	рассеяния, σ_d (барн)	нейтрона, $\sigma^*_{capture}$ (барн)
Fe	11,35	2,56
Ni	17,8	4,49
Si	1,992	0,171
${}^{10}\mathrm{B}^{5+}$	-	3837

Рентгеновские измерения проводились на дифрактометре с вращающимся анодом «Rigaku Geigerflex D/max-RC»(12 kW) в геометрии Брегга-Брентано со скоростью $0,02^{0}$ /мин в диапазоне углов по 20 от 5^{0} до 140^{0} с использованием графитового монохроматора на излучении CuK_α (λ =1,54 A).

Эксперименты по снятию мессбауэровских спектров были проведены в 2-х геометриях. В геометрии на прохождение $\gamma - \kappa вантов$ через исследуемый образец, регистрируя информацию, усредненную по всей его толщине и в геометрии обратного рассеяния с регистрацией конверсионных электронов (толщина анализируемого слоя 0,3 мкм) и с регистрацией резонансного рентгеновского излучения (толщина анализируемого слоя ~15 мкм).

Электронно-микроскопические исследования поверхности образцов проводили с использованием растрового электронного микроскопа LEO-1455VP.

Моделирование взаимодействий высокоэнергетических ионов с атомами исследуемого аморфного сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ проводилось с помощью программного обеспечения Trim. Программа Trim не учитывает структурные особенности образца и поэтому может использоваться для расчета упругих и неупругих взаимодействий в аморфных сплавах. Вместо периода кристаллической решетки берется среднее расстояние между атомами в единице объема. А также задается состав аморфного сплава; характеристики ионов, которыми производится облучение; их энергии. У каждого налетающего на мишень иона происходит своя собственная история столкновений с атомами мишени, не зависящая от результатов предыдущих столкновений. Для получения достаточной статистики в данном расчете моделировалось 1000 траекторий.

В третьей главе представлены результаты исследования процессов взаимодействий высокоэнергетических ионов облучения и нейтронов с аморфным сплавом *Fe*₇₇*Ni*₂*Si*₁₄*B*₇.

Моделирование взаимодействий высокоэнергетических ионов с атомами аморфного сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇

Для постановки эксперимента по исследованию влияния облучения тяжелыми ионами высоких энергий на структуру аморфного сплава были выполнены расчеты энергетических потерь этих ионов в программе TRIM. Проведенный теоретический анализ показал, что при прохождении рассматриваемых ионов в исследуемых образцах, аморфного сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇, осуществляются последовательно два основных механизма торможения заряженной частицы в твердом теле: неупругие и упругие взаимодействия, т.е. потери энергии иона облучения на ионизацию атомов мишени в начале пути и прямое выбивание их из своих равновесных положений в конце пути, соответственно. В связи с этим при изучении влияния облучения тяжелыми ионами высоких энергий интересно разделить вклады упругих и неупругих взаимодействий.

Вычисленные неупругие и упругие потери энергии ионов в зависимости от расстояния прохождения в аморфном сплаве представлены соответственно на графиках (рис.2 и рис.3). Оцененные из них длины пробега ионов в аморфном сплаве представлены в таблице 4.



Неупругие взаимодействия

Рис. 1 Потери энергии dE/dx ионов на ионизацию в аморфном сплаве Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇





Рис. 2 Потери энергии ионов на упругие взаимодействия с атомами сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇

Таблица 4 Рассчитанные длины пробегов ионов облучения в аморфном сплаве Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇

Ион	Ar	Kr	Xe	Bi
Атомная масса	40	84	131	209
Энергия Е, МэВ	155	253	372	710
Длина пробега в образце, мкм	17.5	15	16	20

При съемке конверсионных мессбауэровских спектров с регистрацией резонансного рентгеновского излучения получается информация со слоя 10-15 мкм. Поэтому, снимая в такой геометрии мессбауэровские спектры для облученных образцов можно (согласно таблице 4) исследовать изменения в аморфном сплаве, произошедшие в результате только неупругих взаимодействий.

Для того, чтобы проанализировать этим методом изменения в аморфном сплаве, произошедшие в результате **упругих** взаимодействий, было выполнено облучение аморфного сплава ионами Хе и Ві через фольги нержавеющей стали толщиной 13 мкм. В результате этого вся зона неупругих взаимодействий этих ионов приходилась на толщину фольги, а в аморфном сплаве происходили уже только упругие взаимодействия (рис.3).

Рис. 3 Потери энергии ионов на упругие взаимодействия с атомами сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ для двух вариантов облучения: прямым пучком и через пластину нержавеющей стали толщиной 13 мкм

Упругие взаимодействия



Последующая съемка конверсионных мёссбауэровских спектров с этих образцов фиксировала изменения в аморфном сплаве в результате только неупругих или только упругих взаимодействий. На рис.4 представлена схема проведенного эксперимента.



Облучение через пластину нержавеющей стали толщиной 13 мкм



Мессбауэровская конверсионная спектроскопия



Рис.4 Эксперимент по разделению вкладов упругих и неупругих взаимодействий ионов с атомами аморфного сплава

Экспериментальные результаты

Аморфное состояние сплава до и после облучения контролировалось методом рентгеновского дифракционного анализа. В результате этих измерений не выявлено изменений аморфного состояния после облучения.

Мессбауэровские спектры, снятые в геометрии на прохождения гамма-излучения через образец, показали сохранение аморфного состояния сплава в основной массе облученных ионами образцов (см. рис.5). Это подтверждается широкими линиями спектра, типичными для аморфного состояния сплава (Г~ 1 мм/с) и гладкими кривыми распределения эффективных магнитных полей в виде широкого гало.

Однако, по сравнению со спектрами исходного образца, в них изменились интенсивности 2-й и 5-й линий по отношению к 1-й и 6-й, т.е. изменилось направление угла Θ магнитной текстуры, наведенной в процессе получения аморфного сплава. Известно, что при изотропном распределении магнитного момента в образце угол Θ между ним и направлением пучка гамма-квантов составляет 54,4°. В исходном аморфном сплаве угол Θ =66°, т.е. направлен преимущественно вдоль ленты сплава. Вычисленные

значения угла текстуры Θ для образцов, облученных высокоэнергетическими ионами Ar, Kr, Xe, Bi, составили соответственно 65°, 50°, 47° и 41°, т.е. уменьшаются с увеличением порядкового номера (массы) Z иона. Это свидетельствует о том, что увеличивается поворот оси магнитной текстуры от первоначального направления в сторону направления движения пучка ионов.



Рис. 5 Мессбауэровские спектры на прохождение гамма – излучения аморфного сплава $Fe_{77}Ni_2Si_{14}B_7$ в исходном состоянии и после облучения высокоэнергетическими ионами при комнатной температуре и соответствующие распределения эффективных магнитных полей, рассчитанные из этих спектров



Рис.6 Мессбауэровские спектры, снятые с регистрацией резонансного рентгеновского излучения, и соответствующие им функции распределения эффективных магнитных полей P(H)

Кроме того, анализ распределений эффективных магнитных полей показал, что с увеличением Z ионов облучения кривые распределения становятся менее гладкими, т.е. в этих облученных образцах изменяются вероятности ближайший окружения вокруг атомов железа. Выявить эти изменения, позволили конверсионные мессбауэровские спектры, снятые со слоя толщиной 15 мкм, т.е. слоя, содержащего треки ионов облучения (рис.6).

Рассчитанные для них распределения эффективных магнитных полей показали с увеличением порядкового номера ионов существенные структурные изменения: облучения на них появляются пики, соответствующие параметрам кристаллического твердого раствора α-Fe(NiSi) и фазы интерметаллида (Fe,Ni)₂B, которые обычно образуются при термической кристаллизации этого сплава. Помимо этого, на распределении появляются пики с Н_{эфф}=180 и 200 кЭ, которые соответствуют кристаллической фазе Fe₅₀Si₅₀, которая при обычном отжиге не образуется. Также нужно отметить тот факт, что если кривая распределения, рассчитанная для спектра исходного сплава, близка по форме к кривой распределения Гаусса с центром Н_{эфф}=257 кЭ, то в результате облучения ионами увеличивается ближайшее окружение атома железа с Н_{эфф}<257 кЭ. При обычной термической кристаллизации, наоборот, наибольшее количество (66%) кристаллических фаз имеет H_{эфф}>257 кЭ. Это означает, что механизм кристаллизации аморфного сплава радиационно-индуцированной отличается ОТ механизма термической кристаллизации. Такое отличие объясняется сильным разогревом аморфной матрицы вдоль треков ионов, которые можно рассматривать как цилиндры. Температуры разогрева и радиусы этих цилиндров нами были оценены и представлены в таблице 5.

Таблица 5.	Макс	имальная	темпер	ратура	разог	рева на	а оси	трека	ира	адиус R	разогре	той
цилиндричес	ской	области	вдоль	трека	при	максим	иально	ой пот	repe	энергии	dE/dx	на
неупругие ва	заимо	действия										

Ион	$dE/dr ro P/\lambda$	dE/dr. ирР/Å Температура		
PIOH	$uL/u\lambda$, K JD/A	эB	К	Л, А
Ar	1	0,14	1627	18
Kr	2,2	0,21	2442	25
Xe	3,4	0,26	3023	32
Bi	5,2	0,32	3720	42

Из этой таблицы видно, что температура разогрева вдоль трека иона превышает температуру плавления железа (2400К), поэтому такие температуры нужно воспринимать не как термодинамический разогрев материала, а как энергетическое состояние атомов вдоль трека. При этом остывание трека происходит за характерное время 10⁻¹² с, а т.к. время остывания расплава на охлаждающем барабане, при получении аморфных лент, происходит за время порядка 10⁻⁹с, то можно утверждать, что в результате остывания трека, теоретически сплав не должен закристаллизоваться. Однако, экспериментальные исследования говорят о начале процесса кристаллизации. Объяснением этого может служить уход атомов Si и B, имеющих большие коэффициенты диффузии в аморфных сплавах, из разогретой цилиндрической области в направлении, перпендикулярном направлению движения ионов облучения. В результате этого вдоль трека образуется область, обедненная металлоидами, что увеличивает вероятность образования в этой кристаллической фазы α-Fe(NiSi), которой соответствуют области пики на экспериментальной кривой распределения с H_{эфф}=279 и 310 кЭ. Если часть атомов Si и B ушла из разогретой области, то, следовательно, вокруг трека образовались области с большей концентрацией этих элементов. Это предположение экспериментально подтверждается пиками на кривых распределений Н_{эфф}=180 и 200 кЭ, соответствующих образованию фаз Fe₅₀Si₅₀ и Fe₂B.

Особенно сильно такие изменения произошли в образцах, облученных ионами Хе и Ві. Поэтому, именно на этих образцах был проведен эксперимент по разделению влияния упругих и неупругих взаимодействий на процессы кристаллизации.

На рис.7 представлены рентгеновские конверсионные спектры образцов, облученных ионами Хе и Ві через пластину нержавеющей стали в толщине которой заканчиваются неупругие взаимодействия. Для сравнения на этом же рисунке приведены спектры, полученные для образцов, облученных без пластины. А соответствующие распределения эффективных магнитных полей, рассчитанные из этих спектров, приведены на рисунке 8.



Рис. 7 Мессбауэровские конверсионные спектры образцов облученные ионами Xe (слева) и Bi (справа) в случае с пластиной нержавеющей стали (верхний ряд) и без пластины (нижний ряд)



Рис. 8 Распределения эффективных магнитных полей для спектров, приведенных на рисунке 7

Анализ приведенных распределений эффективных магнитных полей показал, что в случае упругих взаимодействий кривые распределения демонстрируют только слабую асимметрию. Это свидетельствует о колебаниях локальных концентраций атомов Si и B при сохранении аморфного состояния сплава. Поэтому, можно говорить о радиационно-

индуцированной кристаллизации только в результате неупругих взаимодействий ионов облучения с атомами сплава.

Анализ изменения углов магнитной текстуры показал (см. таблицу 5), что в результате неупругих взаимодействий поворот магнитных моментов в направлении движения ионов происходит существенней, чем при упругих взаимодействиях.

Таблица 5 Угол магнитной текстуры Θ (град) для облученных ионами Xe и Bi образцов сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ при использовании пластины нержавеющей стали и без нее

	Угол Ө, град				
Ионы облучения	Для упругих взаимод.	Для неупругих взаимод.	Исходное состояние		
Xe	$62,8\pm1,6^{0}$	$38,1\pm0,9^{0}$	65 3±1 7°		
Bi	$48,7\pm1,1^{0}$	$34,0\pm0,8^{0}$			

В случае облучения аморфного сплава Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ нейтронами, также как и в случае облучения высокоэнергетическими ионами, мессбауэровская спектроскопия в геометрии на прохождения гамма-излучения через образец показала сохранение аморфного состояния сплава в основной массе облученных ионами образцов (см. рис.9). Это подтверждается широкими линиями спектра, типичными для аморфного состояния сплава (Г~1 мм/с) и гладкой кривой распределения в виде широкого гало.



Рис.9 Мессбауэровские спектры полученные для исходного (1a) и облученного образца (1б) и соответствущие им распределения сверхтонких магнитных полей (1в и 1г)

Однако, послойный анализ возможных изменений, произошедших в образце вдоль прохождения нейтронов, методом конверсионной мессбауэровской спектроскопии с регистрацией конверсионных электронов (0,3 мкм) и конверсионного рентгеновского излучения (15 мкм) показал особо сильное изменение структурного состояния приповерхностного слоя. При сравнении кривой распределения сверхтонких магнитных полей для облученного образца с кривой исходного образца (см. рис.10), на кривой распределения, рассчитанной для спектра облученного образца, снятого с толщины слоя

0.3 мкм, наблюдается более отчетливое расщепление пиков. По параметрам эффективного магнитного поля эти пики соответствуют кристаллической фазе α-Fe(NiSi). Общая площадь под кривой этой фазы, облученного образца, составило 54%. При этом в более глубоких слоях сохраняется аморфное состояние сплава.



Рис.10 Распределения сверхтонких магнитных полей, рассчитанные из мессбауэровских спектров: а) исходный образец, б) образец, облученный нейтронами.

Для получения более полной картины изменений, произошедших в приповерхностном слое сплава в результате облучения нейтронами, были проведены электронномикроскопические исследования. Как видно из микрофотографий (рис.11), на поверхности образовались дендритные структуры с размерами порядка 50-1000 нм, расположенные в углублениях на поверхности.



Рис.11 Микрофотографии поверхности образца, облученного быстрыми нейтронами

В результате ядерной реакции ${}^{1}n^{0} + {}^{10}B^{5+} \xrightarrow{0.93} \alpha(2,78MeV) + {}^{7}Li^{3+}$, происходящей при захвате атомами бора тепловых нейтронов (0,01 $3B < E_n < 0,1$ 3B) образуются $\alpha - 4acmuusi$ с энергией 2,78 МэВ. Теоретические расчеты показали, что доза повреждений от α – частиц более, чем на порядок превышает дозу повреждений

аморфного сплава $Fe_{77}Ni_2Si_{14}B_7$ за счет упругого рассеяния быстрых нейтронов ($E_n > 0,1$ МэВ).

В результате ионизационных процессов при неупругом рассеянии α-частиц в матрице аморфного сплава возникает локальный разогрев в их треках. Локальный перегрев инициирует процессы кристаллизации в приповерхностной области сплава, а возникающие сильные градиенты температур являются одним из основных условий образования дендритных структур. Следовательно, в результате этих процессов могут образовываться и редко расположенные структуры типа дендритов с размерами порядка 50-1000 нм. При этом, как видно из микрофотографий (рис.10), дендриты расположены в углублениях на поверхности, вероятно образованных из-за ухода легких элементов из разогретой области, в результате диффузионных процессов и распыления.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

Проведенные расчеты энергетических потерь ионов облучения и нейтронов в толщине аморфного сплава $Fe_{77}Ni_2Si_{14}B_7$ и применение метода селективной по глубине конверсионной мессбауэровской спектроскопии позволили провести систематическое исследование изменения структурного состояния этого сплава при облучении высокоэнергетическими ионами ⁴⁰Ar (155 MэB), ⁸⁴Kr (253 MэB), ¹³¹Xe (372 MэB) и ²⁰⁹Bi (710 MэB) с одинаковым потоком 4·10¹² ион/см² и при облучении в реакторе на быстрых нейтронах. Это комплексное исследование позволило разделить степень радиационного воздействия при упругих и неупругих столкновениях ионов облучения с атомами аморфного сплава на возникновение кристаллизационных процессов в этом сплаве.

1. В результате облучения высокоэнергетическими ионами произошли следующие изменения в аморфном сплаве:

- а) В результате неупругих взаимодействий ионов облучения с атомами сплава в области их треков начинает происходить радиационно-индуцированная кристаллизация с образованием кристаллической фазы α-Fe(NiSi) в цилиндрических областях вдоль разогретых треков ионов облучения и фаз Fe₅₀Si₅₀ и Fe₂B вокруг этих треков. Механизм радиационно-индуцированной кристаллизации аморфного сплава отличается от механизма термической кристаллизации.
- б) Процесс кристаллизации наблюдается только при значениях энергетических потерь ионов облучения больше dE/dx=3,4 кэB/Å и нарастает с увеличением массы ионов облучения.
- в) В результате неупругих взаимодействий ионов облучения с атомами аморфного сплава происходит также поворот магнитных моментов атомов железа в направлении потока ионов облучения, перпендикулярном плоскости ленты аморфного сплава. Угол поворота оси магнитной текстуры от первоначального направления вдоль плоскости ленты в сторону к ее нормали нарастает с увеличением массы ионов облучения.
- г) В области сплава, где происходят упругие взаимодействия, в результате большого количества каскадов выбитых атомов происходит перемешивание атомов аморфного сплава с образованием новых вероятностей ближайшего окружения атомов железа в аморфной матрице сплава.

2. Облучение аморфного сплава нейтронами привело к следующим структурным изменениям в аморфном сплаве:

а) В приповерхностном слое аморфного сплава толщиной 0,3 мкм после облучения нейтронам обнаружена кристаллизация с образованием

кристаллической фазы α-Fe(NiSi) в количестве 54% от всего состава вещества.

- б) Эта кристаллизация обусловлена неупругими взаимодействиями с атомами сплава α – частиц, образовавшихся в результате ядерной реакции захвата медленных нейтронов атомами бора.
- в) Электронно-микроскопические исследования, выявили присутствие кристаллической фазы α-Fe(NiSi) на поверхности облученного нейтронами образца, в виде дендритов размерами порядка 50-1000 нм.
- г) Обнаруженные в приповерхностной области (d~0,3 мкм) исследованного аморфного сплава процессы кристаллизации приведут в последующем к структурной релаксации всего аморфного сплава и, в конечном итоге, к его кристаллизации. Поэтому аморфные металлические сплавы, содержащие в своем составе атомы бора, не являются перспективными конструкционными материалами для ядерных реакторов.

Основное содержание диссертации отражено в следующих работах

- 1. Новакова А.А., Сизов И.Г., Голубок Д.С., Ревокатов П.О. «Исследование модификации структуры поверхности в результате радиационно-стимулированной диффузии» // Тезисы докладов VIII международной конференции «Мессбауэровская спектроскопия и ее применения» Санкт-Петербург, Россия, 2002, с.32
- Novakova A.A., Semina V.K., Kiseleva T.Yu., Revokatov P.O., Golubok D.S., Didyk A.Yu. "Irradiation Effects in Amorphous Alloy Fe-Ni-Si-B" 9th International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Materials, Seoul, (2002) p.79
- Novakova A.A., Semina V.K., Kiseleva T.Yu., Revokatov P.O., Golubok D.S., Didyk A.Yu. "Irradiation Effects in Amorphous Alloy Fe-Ni-Si-B" –J. of Metastable and Nanocrystalline Materials, Vol.15-16 (2003) pp.451-456
- 4. Голубок Д.С., Новакова А.А., Семина В.К., Киселева Т.Ю., Дидык А.Ю. «Эффекты облучения высокоэнергетическими ионами ⁸⁴Кг в аморфном сплаве Fe-Ni-Si-B» // Труды XII международного совещания «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, Украина, 2003, С.110-114
- 5. Новакова А.А., Голубок Д.С., Киселева Т.Ю., Семина В.К., Дидык А.Ю. Структурные изменения в аморфном сплаве Fe-Ni-Si-B В результате облучения ⁸⁴Kr // ионами высокоэнергетическими Тезисы докладов IV национальной конференции по применению рентгеновского синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов, Москва, Россия, 2003, с.140
- 6. Новакова А.А., Сизов И.Г., Голубок Д.С., И.И.Коновалов, Киселева Т.Ю., Ревокатов П.О., Смирнягина Н.Н., Семенов А.П. Электронно-лучевое борирование малоуглеродистой стали // Материалы Международной конференции «Физика электронных материалов» Калуга, Россия, 2002, с.346-347
- 7. Новакова А.А., Сизов И.Г., Гвоздовер Р.С., Голубок Д.С., Киселева Т.Ю., Семенов А.П., Смирнягина Н.Н., Прусаков Б.А. «Структурный анализ слоев на поверхности малоуглеродистой стали до и после электронно-лучевой обработки» // Поверхность, 2003, №3, с.99-103
- Novakova A.A., Sizov I.G., Golubok D.S., Kiseleva T.Yu., Revokatov P.O., "Electron-Beam Boriding of Low Carbon Steel" 14th International Conference on Solid Compounds of Transition Elements Линц, Австрия (2003), O-08
- 9. Novakova A.A., Sizov I.G., Golubok D.S., Kiseleva T.Yu., Revokatov P.O., "Electron-Beam Boriding of Low Carbon Steel" –J. of Alloys and Compounds Vol.17 (2004) pp.108-112
- 10. Голубок Д.С., Новакова А.А., Семина В.К., Дидык А.Ю. «Структурные изменения в аморфном сплаве Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ после облучения высокоэнергетическими ионами ⁴⁰Ar, ⁸⁴Kr и нейтронами (Сравнительные исследования) // Труды XV международного

совещания «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, Украина, 2005, С.49-56

- 11. Новакова А.А., Голубок Д.С., Антошина И.А. Процессы структурной перестройки в аморфном сплаве после облучения ионами ⁴⁰Ar // Тезисы докладов на Международном семинаре «Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий», Обнинск, Россия, 2005, с.89-90
- 12. Голубок Д.С. Структурные изменения в аморфном сплаве Fe₇₇Ni₂Si₁₄B₇ после облучения нейтронами // Тезисы докладов XIV Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2007» МГУ, Москва, Россия