

УДК 538.971:669.018

РАЗРУШЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ АЛЮМООКСИДНОЙ КЕРАМИКИ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ МОЩНОГО ИОННОГО ПУЧКА НАНОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ

© 2020 г. В. С. Ковивчак^а, *, Т. В. Панова^а

^аОмский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, Омск, 644077 Россия

*E-mail: kvs_docent@mail.ru

Поступила в редакцию 23.01.2019 г.

После доработки 25.02.2019 г.

Принята к публикации 25.02.2019 г.

Исследовано разрушение поверхностных слоев алюмооксидной керамики (поликора) при воздействии мощного ионного пучка наносекундной длительности. Определены характерные особенности такого разрушения. Оценка толщины отколовшихся фрагментов поверхностного слоя керамики дает значения в диапазоне от 4 до 12 мкм при однократном облучении с плотностью тока 150 А/см². Установлено обеднение поверхностного слоя керамики кислородом. Рассмотрено влияние облучения на структурно-фазовое состояние керамики. Обсуждены возможные механизмы наблюдаемых разрушений.

Ключевые слова: мощный ионный пучок, алюмооксидная керамика, морфология поверхности, разрушение, состав.

DOI: 10.31857/S102809601912015X

ВВЕДЕНИЕ

Мощный ионный пучок (МИП) наносекундной длительности является одним из перспективных инструментов для высокотехнологичной обработки металлов и сплавов, который обеспечивает существенное улучшение механических и химических свойств приповерхностного слоя [1–3]. Сжимающие механические напряжения, которые могут возникать при таком воздействии, обеспечивают упрочнение поверхностного слоя материала. В то же время формирование растягивающих напряжений может привести к появлению в облученном слое трещин, что характерно для различных хрупких материалов [4–9]. Разрушение поверхностных слоев при воздействии МИП достаточно хорошо исследовано на хрупком модельном материале – натрий-силикатном стекле [7]. Было установлено, что его разрушение может наблюдаться спустя длительный промежуток времени (до ~170 ч) после облучения. При облучении образуются два вида трещин: перпендикулярные и параллельные облучаемой поверхности. Было показано, что столь длительный период разрушения связан с существованием остаточных напряжений, возникающих при воздействии МИП в поверхностном слое стекла, который к тому же обладает повышенной дефектностью. С научной и практической точки зрения представляет большой интерес исследование поведения поверхностных слоев структурно более сложных (чем аморфное

стекло) поликристаллических хрупких материалов при таком облучении. Проведенное ранее исследование модификации свойств поверхностных слоев алюмооксидной керамики под действием МИП, выполненное с использованием только оптической микроскопии не позволило авторам корректно интерпретировать наблюдаемые изменения морфологии поверхности и связать их с разрушением поверхностного слоя керамики [10].

Цель настоящей работы заключается в установлении особенностей разрушения приповерхностных слоев поликристаллической алюмооксидной керамики (поликора) при воздействии мощного ионного пучка наносекундной длительности.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы алюмооксидной керамики размером 15 × 12 мм и толщиной до 0.5 мм вырезались из стандартной подложки поликора (60 × 48 мм). Перед облучением образцы подвергались химической очистке поверхности с последующей термообработкой в течение 1 часа при температуре 250°C для снятия механических напряжений, возникающих при резке.

Облучение проводили на ускорителе “Темп” (Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского) протон-углеродным пучком (30% Н⁺ и 70% С⁺) с энергией частиц $E \approx 200$ кэВ, длитель-

ностью импульса облучения τ составляла 60 нс, в диапазоне плотностей тока пучка 50–150 А/см². В экспериментах варьировалась плотность тока пучка j и число импульсов облучения n . После воздействия МИП образцы исследовались на оптическом (Neophot-2) и растровом электронном (JSM-6610LV, “JEOL” с энергодисперсионным анализатором Inca-350) микроскопах. Интерпретацию данных энергодисперсионного анализа, усредненных по облучаемой поверхности, проводили с учетом особенностей такого анализа для поликристаллических материалов [11]. На поверхность керамики, имеющей низкую проводимость, перед электронно-микроскопическим исследованием наносили тонкий слой (~10 нм) платины. Рентгеноструктурный анализ образцов выполняли на дифрактометре Дрон-3М на CuK_α -излучении.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование воздействия мощного ионного пучка на поликор в широком диапазоне плотностей тока пучка показало, что, как и для случая натрий-силикатного стекла в приповерхностном слое возникают трещины двух видов – перпендикулярные (“волосные”) и параллельные (“откольные”) облучаемой поверхности. Порог образования “откольных” трещин составляет для однократного облучения ~100 А/см². При многократном облучении этот порог снижается, что вероятно связано с эффектами накопления дефектов и микроповреждений в течение каждого последующего импульса облучения. Характерный размер фрагментов разрушения составляет ~10 мкм (в то время как при сопоставимых условиях облучения для натрий-силикатного стекла он достигает ~50 мкм). При исследовании трещин с помощью оптической микроскопии в поверхностном слое поликора наблюдается (так же, как и в стекле) образование интерференционной картины в отраженном свете (рис. 1а). В большинстве случаев в поликоре она имеет вид части кольцеобразных полос (кольца Ньютона). Это свидетельствует о сложном изгибе фрагмента разрушения, при котором образуется изменяющийся по величине воздушный зазор. Типичное изображение облученной поверхности, полученное с помощью растровой электронной микроскопии, показано на рис. 1б. Характерный радиус изгиба фрагментов поликора, определенный по радиусу интерференционных колец, составил ~15 мкм (для аналогичных условий облучения стекла радиус изгиба ~600 мкм). Многократное воздействие мощного ионного пучка с высокой плотностью тока на поликор может приводить к плавлению тонкого поверхностного слоя фрагментов разрушения. Для таких режимов облучения характерно образование пор, локализованных преимущественно в области “волосных” трещин (рис. 2а), которые обладают повышенной дефектностью. При высо-

ких плотностях тока пучка (≥ 150 А/см²) многократное ($n \geq 2$) облучение может приводить к полному удалению некоторых фрагментов разрушения (рис. 2б). Рельеф поверхности разрушения в этом случае в значительной степени определяется формой частиц оксида алюминия, из которых спекается керамика. Поскольку алюмооксидная керамика относится к высокотемпературным материалам ($T_{\text{пл}} = 2015^\circ\text{C}$), то достижение такой высокой температуры поверхностного слоя фрагментов можно объяснить следующим образом. На первом импульсе происходит отслоение тонкого фрагмента разрушения от основной части образца с образованием воздушного зазора между частью фрагмента и образцом, что препятствует отводу тепла от фрагмента в подложку. В конечном итоге это приводит к значительному увеличению температуры на облучаемой поверхности этого фрагмента (вплоть до плавления) при последующем многократном облучении. По данным рентгеновского микроанализа воздействие мощного ионного пучка приводит так же к обеднению поверхностного слоя кислородом. Так для исходного (необлученного) образца, отношение концентраций (в ат. %) O к Al составляет 1.50. При однократном воздействии МИП с плотностью тока 150 А/см² это отношение уменьшается до 1.45. Увеличение числа импульсов облучения до трех приводит к его дальнейшему снижению до 1.36. Исследование глубины локализации “откольных” трещин показало, что она имеет существенно больший разброс чем в стекле, и составляет 8 ± 4 мкм. Вероятно, этот значительный разброс обусловлен существенной неоднородностью механических свойств поликора в пределах зерен (особенно в области их границ), что связано с особенностями производства этой керамики из порошка оксида алюминия.

С помощью оптических методов в поверхностном слое поликора, облученного мощным ионным пучком с плотностями тока от 50 до 150 А/см², не удалось обнаружить появления новых “откольных” трещин после окончания облучения, как это наблюдали ранее для натрий-силикатного стекла. Вероятно, в этом случае все трещины формируются либо во время действия ионного пучка, либо в течение времени, необходимого для извлечения образца из вакуумной камеры ускорителя. Такое поведение, по-видимому, связано с меньшим проявлением упругопластических свойства поликора по сравнению с натрий-силикатным стеклом.

Рентгеноструктурный анализ исследуемых материалов проводился на дифрактометре ДРОН-3М на CuK_α -излучении с использованием β -фильтра. Анализ дифрактограмм алюмооксидной керамики (поликор) показал, что в исходном состоянии поликор представляет $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ фазу с гексагональной решеткой и параметрами $a = 4.758 \text{ \AA}$, $c = 12.991 \text{ \AA}$ (рис. 3). После облучения мощным ионным пуч-

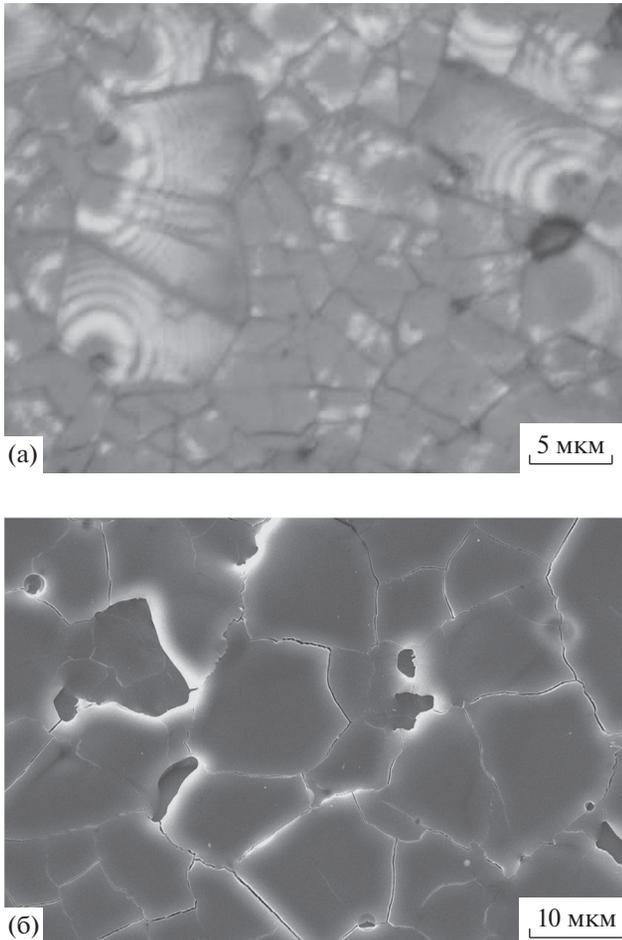


Рис. 1. Поверхность поликора после воздействия мощного ионного пучка с плотностью тока 150 A/cm^2 : а – оптическая микроскопия, б – растровая электронная микроскопия.

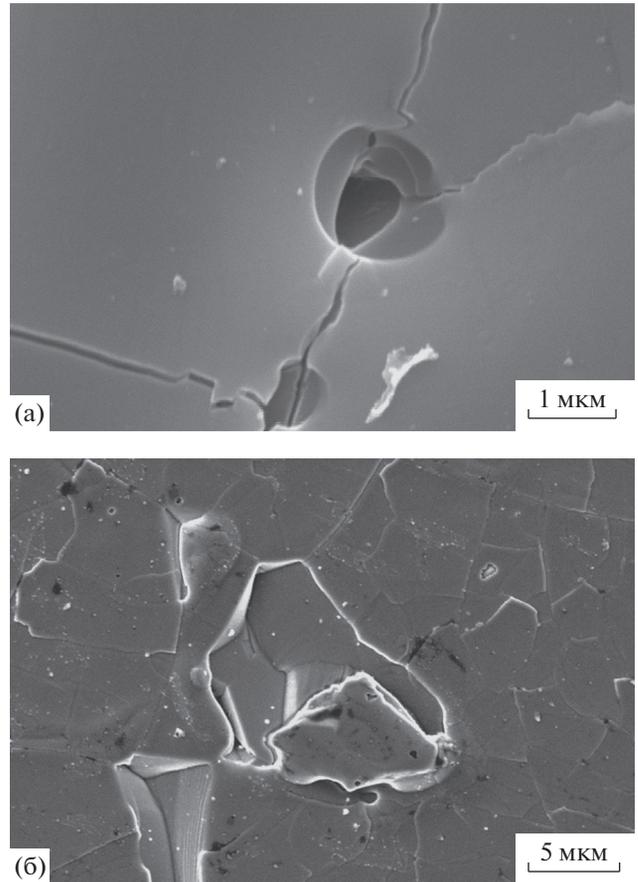


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхности поликора после многократного воздействия мощного ионного пучка с плотностью тока 150 A/cm^2 : образовавшиеся поры (а) и область с удаленным фрагментом разрушения (б).

ком с плотностью тока 50 A/cm^2 одним и тремя импульсами изменений фазового состояния не обнаружено, однако наблюдается изменение интенсивности рефлексов: (104), (110), (113), (116), (018), (1010), (134), (0114). При увеличении числа импульсов максимальная интенсивность сместилась в сторону меньших межплоскостных расстояний. Так максимум интенсивности, наблюдающийся в исходном состоянии при отражении от плоскости (104) с $d_{hkl} = 2.55 \text{ \AA}$, после облучения МИП одним импульсом с плотностью тока 50 A/cm^2 наблюдается от рефлекса (113) с $d = 2.08 \text{ \AA}$, а после облучения тремя импульсами от рефлекса (1010) с $d = 1.24 \text{ \AA}$. При этом рефлексы (3012) и (229) с увеличением числа импульсов исчезают.

При воздействии на поликор мощного ионного пучка с плотностью тока 100 A/cm^2 картина изменения интенсивности отражений иная. Так при облучении одним и тремя импульсами максимальная интенсивность наблюдается от рефлексов (1010) с $d = 1.24 \text{ \AA}$. Однако при облучении

тремя импульсами интенсивность этого рефлекса снизилась. Отражение от плоскости (1310) при облучении одним импульсом усиливается и практически исчезает при облучении тремя импульсами. В области малых углов при облучении одним импульсом появляется слабый пик с $d = 3.638 \text{ \AA}$, что, предположительно, соответствует фазе $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$. При облучении тремя импульсами этот пик вновь исчезает.

При облучении поликора мощным ионным пучком с плотностью тока 150 A/cm^2 фазовой перестройки не обнаружено. Картина изменения интенсивности при облучении одним импульсом аналогична наблюдаемой при облучении с плотностью тока 100 A/cm^2 , за исключением пика на малых углах от δ -фазы. А при облучении тремя импульсами максимальная интенсивность вновь наблюдается для рефлекса (104) с $d_{hkl} = 2.55 \text{ \AA}$.

Поскольку фазового превращения не обнаружено, то изменения интенсивности, по-видимому, связано с поворотом поликристаллических зерен

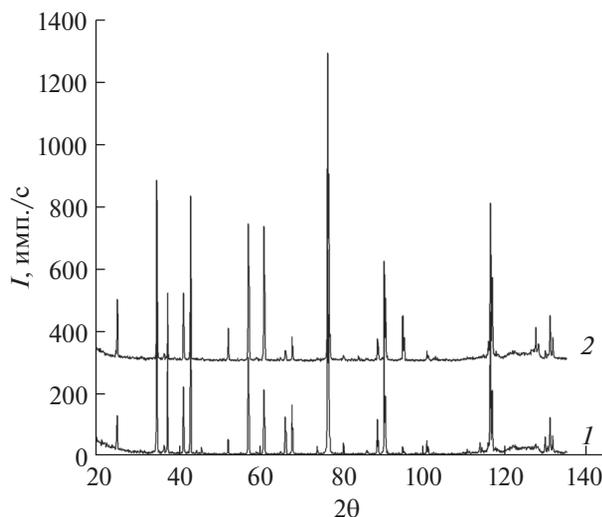


Рис. 3. Дифрактограммы поликора в необлученном состоянии (1) и облученном МИП с плотностью тока 50 А/см^2 тремя импульсами (2).

при пластической деформации. Под действием напряжений, стимулированных МИП, происходит разворот зерен, приводящий к усилению интегральной интенсивности отражений от тех плоскостей, которые максимально повернуты (при данных параметрах облучения) по отношению к рентгеновскому лучу. При высоких плотностях тока МИП на изменение интенсивности может влиять и разрушение тонкого поверхностного слоя.

Для расчета остаточных напряжений был использован метод аппроксимации функцией. В качестве эталона был использован алюминий ОСЧ. Анализ показал, что все дифракционные максимумы хорошо аппроксимируются функцией Гаусса. Из расчетов установлено, что сумма главных напряжений $\sigma_1 + \sigma_2$ в поликоре максимальна при облучении МИП одним импульсом при плотности тока ионного пучка 150 А/см^2 и составляет ~ 3 ГПа. Минимум наблюдается при облучении тремя импульсами с плотностью тока 150 А/см^2 и достигает 0.19 ГПа. Такое уменьшение величины остаточных напряжений связано, вероятно, с релаксацией последних при формировании трещин. Формирующиеся напряжения при всех режимах облучения растягивающие. Размеры кристаллитов при облучении с малой плотностью тока уменьшаются (по сравнению с исходными размерами), а затем увеличиваются в 1.6 раза с максимумом при облучении с плотностью тока 100 А/см^2 тремя импульсами. При облучении тремя импульсами с плотностью тока 150 А/см^2 размеры кристаллитов вновь уменьшаются в 1.5 раза по сравнению с исходными значениями, что, по видимому, связано с возрастанием градиента

температуры, которое приводит к росту внутренних напряжений. Плотность дислокаций существенно возрастает при облучении МИП. При плотности тока, равной 50 А/см^2 , она максимальна при облучении тремя импульсами (в 14 раз выше исходной). Минимум плотности дислокаций наблюдается при облучении тремя импульсами с плотностью тока 100 А/см^2 , что связано с отжигом дефектов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, установлено, что однократное воздействие мощного ионного пучка с плотностью тока не менее 100 А/см^2 на алюмооксидную керамику (поликор) может приводить к образованию в поверхностном слое трещин, перпендикулярных и параллельных поверхности облучения. Отколовшиеся фрагменты разрушения имеют толщину от 4 до 12 мкм. В целом картина разрушения похожа на разрушение под действием мощного ионного пучка натрий-силикатного стекла. Однако на этой керамике не обнаружено развитие разрушения после окончания импульса облучения, как это наблюдается на натрий-силикатном стекле. Рентгеноструктурный анализ облученной керамики не выявил протекания фазовых изменений в этом материале при облучении ионным пучком. Полученные данные свидетельствуют об общих закономерностях процесса разрушения твердых тел при воздействии мощного ионного пучка вне зависимости от структурного состояния материала (поликристаллическое или аморфное).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Remnev G.E., Isakov I.F., Opekounov M.S., Matvienko V.M., Ryzhkov V.A., Struts V.K. et al. // Surf. Coat. Technol. 1999. V. 114. P. 206. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00058-4](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00058-4)
2. Korotaev A.D., Tyumentsev A.N., Pinzhin Yu.P., Remnev G.E. // Surf. Coat. Technol. 2004. V. 185. P. 38. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2003.11.021>
3. Uglov V.V., Remnev G.E., Kuleshov A.K., Astashinski V.M., Saltymakov M.S. // Surf. Coat. Technol. 2010. V. 204. P. 1952. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.09.039>
4. Ковивчак В.С., Панова Т.В., Геринг Г.И. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. № 4. С. 107.
5. Kovivchak V.S., Panova T.V., Burlakov R.B. // J. Surf. Invest. 2008. V. 2. P. 200. <https://doi.org/10.1134/S1027451008020079>
6. Kovivchak V.S., Panova T.V., Krivozubov O.V., Davletkil'deev N.A., Knyazev E.V. // J. Surf. Invest. 2012. V. 6. P. 244. <https://doi.org/10.1134/S1027451012030123>

7. Kovivchak V.S., Panova T.V. // J. Surf. Invest. 2017. V. 11. P. 840.
<https://doi.org/10.1134/S1027451017040218>
8. Liang G., Shen J., Zhang J., Zhong H., Cui X., Yan S. et al. // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. Sect. B. 2017. V. 409. P. 277.
<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.04.048>
9. Shen J., Shahid I., Yu X., Zhang J., Zhong H., Cui X. et al. // Nucl. Instrum. Methods. Phys. Res. Sect. B. 2017. V. 413. P. 6.
<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.09.031>
10. Романов И.Г., Царева И.Н. // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. Вып. 16. С. 65.
11. Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Patrick Echlin et al. // Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. New York etc.: Kluwer acad / Plenum publ., 2003. 689 p.

Fracture of Surface Layers of Alumina Ceramics under the Action of a High Power Ion Beam of Nanosecond Duration

V. S. Kovivchak^{1,*}, T. V. Panova¹

¹*Dostoevsky Omsk State University (OmSU), Omsk, 644077 Russia*

**e-mail: kvs_docent@mail.ru*

The fracture of surface layers of alumina ceramic (polycor) under the action of a high power ion beam of nanosecond duration was investigated. The characteristic features of such fracture are determined. An estimate of the thickness of the breakaway fragments of the surface layer of the ceramic gives values in the range from 4 to 12 μm at single high power ion beam irradiation with a current density of 150 A/cm². The depletion of the surface layer of the ceramic by oxygen is established. The effect of irradiation on the structural-phase state of ceramic is considered. Possible mechanisms of observed fracture are discussed.

Keywords: high-power ion beam, alumina ceramic, surface morphology, fracture, composition.