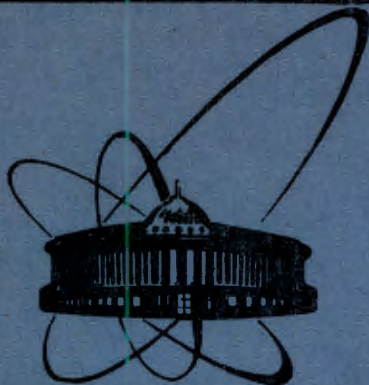


19/III - 84



ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

1383/84

18-83-802

Е.Д.Воробьев, В.В.Кириченко,<sup>1</sup> В.В.Клечковская,<sup>1</sup>  
В.Н.Колотинский,<sup>2</sup> В.Р.Регель,<sup>1</sup>  
В.А.Скуратов, В.А.Щеголев

ОБРАЗОВАНИЕ КАРБИДА В АЛЮМИНИИ,  
ОБЛУЧЕННОМ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧНЫМИ  
ИОНАМИ УГЛЕРОДА

---

<sup>1</sup> Институт кристаллографии АН СССР

<sup>2</sup> Институт металлургии АН СССР

Направлено в журнал

"Вопросы атомной науки и техники.

Серия: Физика радиационных повреждений  
и радиационное материаловедение"

1983

В настоящее время пучки высокоэнергетических ( $E \sim 10$  МэВ/нукл.) тяжелых ионов все чаще применяются для исследования различных свойств материалов в условиях высокой скорости генерации радиационных дефектов. Так, в работах <sup>1-3/</sup> было обнаружено значительное изменение пластических свойств алюминия, облученного ионами углерода с энергией 70 и 100 МэВ. Интерпретация этих результатов затрудняется из-за отсутствия данных о микроструктуре облучаемого материала.

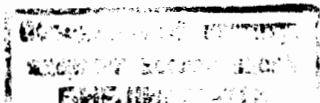
Кроме того, насколько нам известно, до сих пор прямые исследования дефектообразования в алюминии, облученном тяжелыми ионами высоких энергий, не проводились. При таком облучении образуется большое количество точечных дефектов, которые согласно существующим теориям <sup>4/</sup> ускоряют переползание дислокаций, то есть приводят к увеличению скорости ползучести. Данные о микроструктуре облученных материалов будут способствовать дальнейшему развитию представлений об эволюции дефектной структуры в этих условиях.

В настоящей работе методами высоковольтной электронной микроскопии и электронографии исследовалась микроструктура алюминия, облученного ионами углерода с энергией 90 МэВ. Использовались образцы отожженного в вакууме после прокатки алюминия чистотой 99,9996% в виде фольг толщиной 40 и 250 мкм /при пробеге ионов углерода в условиях эксперимента  $\sim 130$  мкм/. Таким образом, в образцах толщиной 250 мкм можно было изучать область торможения ионов, где, как известно, образование дефектов под действием облучения максимально.

Условия облучения были примерно те же, что и в проводившихся ранее опытах по радиационной ползучести <sup>1-2/</sup>. Алюминиевая фольга облучалась в течение 10 мин выведенным на воздух пучком ионов  $^{12}\text{C}$  циклотрона У-200 Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ, доза  $\sim 10^{13}$  ион.см<sup>-2</sup>. Интенсивность пучка соответствовала скорости образования дефектов  $0,7 \cdot 10^{-7}$  с.н.а. · с<sup>-1</sup> · см<sup>-2</sup>. Расчет числа смещений производился по формуле, приведенной в <sup>5/</sup>. Максимальное значение величины повреждения составляло  $7 \cdot 10^{-5}$  с.н.а. · с<sup>-1</sup> · см<sup>-2</sup>. Температура образцов во время облучения не превышала 40 °С.

Облученные образцы выдерживались при комнатной температуре в течение нескольких недель и затем утонялись электрохимическим методом для электронно-микроскопических исследований на просвет. Во избежание нарушения исследуемой дефектной структуры, образовавшейся в результате облучения, утонение образцов проводилось при -10 °С, причем образцы помещались в специальные рамки, предохраняющие от деформации, как это обычно рекомендуется делать <sup>6/</sup>.

Для электронно-микроскопических наблюдений использовался высоковольтный микроскоп Jem-1000 с ускоряющим напряжением



1000 кВ. Прибор позволяет наблюдать дефекты структуры в алюминии толщиной до нескольких микрон и получать картины микродифракции с очень малых областей в режиме микро-микродифракции.

Работа на высоковольтном микроскопе велась при минимальном токе пучка в дифракционных условиях, не способствующих образованию точечных дефектов. Но даже при этих мерах предосторожности исследования можно было проводить лишь ограниченное время во избежание появления комплексов точечных дефектов в алюминии, образующихся под действием электронов.

Первые же наблюдения облученного высокоэнергетическими ионами углерода алюминия показали наличие новой, не наблюдавшейся ранее в алюминии, дефектной структуры. Это были распределения очень характерных дефектов в виде черно-белых полос /рис.1а-г/ и достаточно больших пятен - контрастных черно-белых областей /рис.1а,б/. Эти области содержат черные четырехугольники /рис.1б/, напоминающие выделения фазы<sup>8/</sup>. Темные участки на полосах/рис.1а/ тоже похожи на выделения фазы. Было обследовано большое количество подобных пятен и полос; с темных участков тех и других неоднократно снималась микродифракция, которая была сопоставлена с микродифракцией от светлых областей полос и от матрицы, не содержащей видимых выделений. Поскольку исследуемые области малы /сотни ангстрем в диаметре/ и обычную микродифракцию с них снять нельзя, использовался режим микро-микродифракции, применяемый в высоковольтном микроскопе.

Известно, что из-за сферической аберрации объективной линзы возникает несоответствие между участком образца, формирующим микродифракционную картину, и участком, выделенным селективной диафрагмой<sup>8/</sup>. Преимущество высоковольтного микроскопа заключается в том, что ошибка несоответствия при микродифракции пропорциональна кубу длины волны электронов и уменьшается с повышением ускоряющего напряжения. Для реализации возможности высокой локальности микро-микродифракции в электронный микроскоп jet-1000 введена дополнительная линза. В результате этот прибор позволяет получать электронограммы с площади, ограниченной кругом диаметром 300 Å. В проведенных экспериментах постоянная прибора в режиме микро-микродифракции составляла  $L\lambda = 13,4 \text{ мм.Å}$ , где L - условная длина камеры,  $\lambda$  - длина волны электронов при ускоряющем напряжении 1000 кВ. Большинство картин микро-микродифракции, снятых с четырехугольных темных областей пятен /рис.1б/ и темных и светлых участков полос /рис.1а/, содержали характерный ряд рефлексов, соответствующих рефлексам 100, 200, 300... карбида алюминия  $Al_4C_3$  / $a = 3,33 \text{ Å}$ ,  $c = 24,86 \text{ Å}$ , пространственная группа  $R\bar{3}m$ /, см. рис.2а,б. В одни электронограммы входил только этот ряд, на других были видны и дополнительные рефлексы, согласующиеся с решеткой  $Al_4C_3$  /см., например, рис.2б/. Микродифракция с участка матрицы, не содержащей дефектов, соответствовала чистому алюминию/рис.2в/.



Рис.1. Дефекты, возникшие в фольге алюминия, облученной в течение 10 мин ионами углерода с энергией 90 МэВ, доза  $\sim 10^{18}$  ион·см<sup>-2</sup>; толщина фольги - 250 мкм /а,б/ и 40 мкм /в,г/.

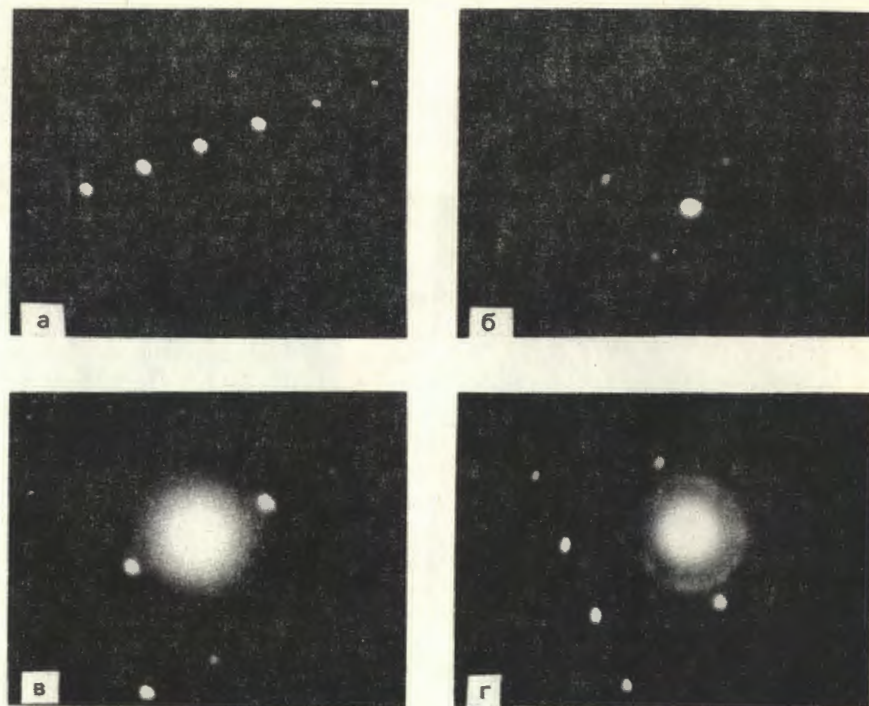


Рис.2. Картины микро-микродифракции /а,б/ и микродифракции /в,г/ с различных участков фольги алюминия, облученной в течение ~10 мин ионами углерода с энергией 90 МэВ, доза  $\sim 10^{18}$  ион·см<sup>-2</sup>.

Хотя электронограммы при использовании метода микро-микродифракции несут меньшую информацию, чем электронограммы с больших областей кристалла, этот метод позволил заключить, что наблюдаемые полосы /рис.1а-г/ представляют собой выделения карбида  $Al_4C_3$ , а области на рис.1а,б - области пересечения таких выделений.

Поскольку часто ширина выделений /100-1000 Å/ много меньше их длины /от долей микрона до нескольких микрон/ /см. рис.1а-г/, выделения можно считать стержневидными или нитевидными кристаллами, области их пересечения будем условно называть "клубками". Направления пересекающихся стержней самые разнообразные/рис.1б,в/, и невозможно выделить какие-то преимущественные кристаллографические направления их расположения в решетке алюминия.

Следует отметить, что наличие "клубков" характерно только для алюминиевой фольги толщиной 250 мкм. По ориентировочным оценкам, плотность крупных "клубков" /диаметром ~1 мкм/ в объе-

ме фольги алюминия толщиной 250 мкм в местах, близких к области торможения ионов, составляет  $\sim 10^9$  "клубков"·см<sup>-3</sup>, но между ними встречаются и мелкие скопления стержней. В фольге толщиной 40 мкм "клубки" отсутствовали, наблюдались только группы пересекающихся стержней, зачастую более длинных, чем в толстой фольге.

Различие в расположении и количестве стержней и "клубков" в фольгах разной толщины связано, по-видимому, с тем, что только в более толстой фольге наблюдения проводились вблизи области торможения ионов углерода, где возникает максимальное количество точечных дефектов.

Закономерности расположения характерного ряда рефлексов 100, 200, 300... по отношению к удлиненной стороне стержней не выявлены. Иногда этот ряд был направлен вдоль длины нитевидного кристалла, иногда составлял угол в 20° или 70° по отношению к нему.

Дифракционные контрастные полосы на нитевидных выделениях /рис.1г/, возможно, связаны с двойниковыми прослойками, возникшими при росте карбида алюминия.

Помимо точечных электронограмм  $Al_4C_3$  наблюдались и кольцевые - с поликристаллов карбида /рис.2г/, где видны два расположенных рядом наиболее ярких кольца  $Al_4C_3$ , соответствующие межплоскостным расстояниям  $d = 2,80\text{Å}$  и  $d = 2,87\text{Å}$ . Дифракционные кольца соответствовали области, длительное время находящейся под пучком электронов. По-видимому, при нагреве пучком возникли беспорядочно расположенные невидимые в электронный микроскоп мелкие выделения карбида  $Al_4C_3$ .

Облученные углеродом образцы алюминия, исследованные электронно-микроскопическим методом, были также просмотрены в электронографе ЭМР-100М при ускоряющих напряжениях 100 и 75 кВ. На электронограммах присутствовали только отражения от чистого алюминия. Это связано с недостаточной для чувствительности этого метода дозой облучения  $\sim 10^{18}$  ион·см<sup>-2</sup>. Проведенные ранее на этом же электронографе /7/ исследования алюминия, облученного ионами углерода с энергией 20 кэВ при дозе  $10^{17}$  ион·см<sup>-2</sup> выявили после дополнительного отжига /при 400 С/ наличие фазы  $Al_4C_3$ ; стержневидные дефекты при этом не наблюдались.

Пока неизвестно, образовались ли стержневидные выделения фазы  $Al_4C_3$  сразу в процессе облучения или же только в результате последующих диффузионных процессов, поскольку между процессами облучения и наблюдения образцов проходило значительное время. Но независимо от механизма образования выделений карбида можно полагать, что из образующихся при облучении пар Френкеля межузельные атомы алюминия идут на образование карбида, а вакансии, возникшие при облучении в тех же парах Френкеля, остаются свободными и могут способствовать ускорению процесса ползучести, что согласуется с существующими теоретическими представлениями о механизме радиационной ползучести /4/.

В экспериментах по исследованию механических свойств образцов алюминия после их облучения должно проявиться /с некоторого порогового значения дозы облучения/ действие наблюдаемых выделений карбида как барьеров для перемещения дислокаций /8/, что должно приводить к упорядочению и охрупчиванию материала.

Подводя итоги проведенных исследований, можно заключить, что обнаруженный факт образования при облучении алюминия ионами углерода выделений фазы  $Al_4C_3$  в виде стержней и "клубков" необходимо учитывать при анализе взаимодействий тяжелых ионов высокой энергии с облучаемыми мишенями.

Подобные явления могут иметь место и в других материалах /другие пары ион-мишень/, в которых возможно образование фаз. Это следует учитывать, например, в опытах по имплантации высокоэнергетических ионов в полупроводники. Образование подобных выделений может оказывать косвенное воздействие на некоторые физические процессы, например на радиационную ползучесть. Целенаправленно создавая нитевидные кристаллы в облучаемом материале, можно его упрочнять.

Таким образом, ясно, что обнаруженное явление заслуживает дальнейшего детального исследования. Целесообразно продолжить электронно-микроскопические исследования дефектной структуры с целью выяснения механизма и закономерностей процесса образования фазовых выделений при бомбардировке различных материалов тяжелыми ионами высоких энергий.

авторы благодарят академика И.Н.Флерова за постоянное внимание к работе.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Воробьев Е.Д. и др. ОИЯИ, 18-82-558, Дубна, 1982.
2. Регель В.Р. и др. ОИЯИ, 18-12747, Дубна, 1979.
3. Афанасьев В.Д. и др. ОИЯИ, 18-80-829, Дубна, 1980.
4. Саралидзе З.К. ФТТ, 1978, т.20, вып.2, с.378.
5. Sizmann R. GSI-P-2-75, Darmstadt, 1975.
6. Хирш П. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. "Мир", М., 1968.
7. Клечковская В.В. и др. Изв. АН СССР, сер.физ., 1983, т.47, № 6, с.1228.
8. Зеленский В.Ф. и др. Некоторые проблемы физики радиационных повреждений материалов. "Наукова думка", Киев, 1979.

Рукопись поступила в издательский отдел  
30 ноября 1983 года.

#### НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
D11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
D4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
D4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
D2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
D10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
D1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 60 к.
D17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
D1,7-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
P18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
D2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
D9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
D3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.
D2,4-83-179	Труды V Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Дубна, 1982.	4 р. 80 к.
	Труды УШ Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Протвино, 1982 /2 тома/	11 р. 40 к.
D11-83-511	Труды совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1982.	2 р. 50 к.
D7-83-644	Труды Международной школы-семинара по физике тяжелых ионов. Алушта, 1983.	6 р. 55 к.
D2,13-83-689	Труды рабочего совещания по проблемам излучения и детектирования гравитационных волн. Дубна, 1983.	2 р. 00 к.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:  
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79  
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

**ТЕМАТИЧЕСКИЕ КАТЕГОРИИ ПУБЛИКАЦИЙ  
ОБЪЕДИНЕННОГО ИНСТИТУТА ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Индекс	Тематика
1.	Экспериментальная физика высоких энергий
2.	Теоретическая физика высоких энергий
3.	Экспериментальная нейтронная физика
4.	Теоретическая физика низких энергий
5.	Математика
6.	Ядерная спектроскопия и радиохимия
7.	Физика тяжелых ионов
8.	Криогеника
9.	Ускорители
10.	Автоматизация обработки экспериментальных данных
11.	Вычислительная математика и техника
12.	Химия
13.	Техника физического эксперимента
14.	Исследования твердых тел и жидкостей ядерными методами
15.	Экспериментальная физика ядерных реакций при низких энергиях
16.	Дозиметрия и физика защиты
17.	Теория конденсированного состояния
18.	Использование результатов и методов фундаментальных физических исследований в смежных областях науки и техники
19.	Биофизика

Воробьев Е.Д. и др. 18-83-802  
Образование карбида в алюминии,  
облученном высокоэнергетичными ионами углерода

Методами просвечивающей высоковольтной электронной микроскопии и микро-микродифракции обнаружены выделения фазы  $Al_4C_3$  в алюминии, облученном ионами углерода с энергией 90 МэВ, доза  $10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>. Выделения имеют стержневидную форму. Для области торможения ионов углерода характерны скопления пересекающихся стержней.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Vorobiev E.D. et al. 18-83-802  
Production of Carbide in Aluminium  
Irradiated by High Energy Carbon Ions

Precipitations of  $Al_4C_3$  phase in aluminium, irradiated with 90 MeV carbon ions upto  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup> have been found by the transmission high voltage microscopy and micro-microdiffraction methods. The precipitations have the bar form. For the region of carbon ion stopping accumulations of intersecting bars are characteristic.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой