

## МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИФфуЗИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ В ГЕТЕРОФАЗНЫХ МАТЕРИАЛАХ

А. С. Посухов, В. Е. Семененко, Н. Г. Стервоедов

*Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина*

61077, г. Харьков, пл. Свободы, 4

E-mail: [posuhov@pht.univer.kharkov.ua](mailto:posuhov@pht.univer.kharkov.ua)

Рассмотрены особенности усовершенствованной методики определения параметров диффузии в композиционных материалах. Приведены экспериментальные результаты измерений коэффициентов диффузии  $Ni^{63}$  в сплавах Al и Ni в зависимости от протяженности межфазных границ. Ил. 4. Библиогр.: 9 назв.

**Ключевые слова:** диффузия, радиоактивный изотоп, композит, кварцевый измеритель толщины, микроконтроллер.

Большинство конструкционных материалов, используемых в микроэлектронике и ядерной энергетике, являются гетерофазными [1, 2]. Их эксплуатационные характеристики определяются диффузионной проницаемостью межфазных границ, их расположением и типом (когерентные, полуккогерентные, некогерентные) [3, 4, 5]. Однако оценить скорость диффузии непосредственно по границам мелкодисперсных фазовых выделений с помощью широко известных методов (авторадиографического, снятия слоев и др.) оказывается невозможным из-за их малой разрешающей способности. Поэтому, в данной работе выбран абсорбционный метод, с помощью которого определяется диффузионная проницаемость в *in situ*-композитах - квазиэвтектических сплавах Al-Ni.

В связи с тем, что современные конструкционные материалы, к которым относятся перспективные естественные композиты, применяются при высоких температурах [3], необходимо исследование их диффузионных параметров.

**1. Техника эксперимента.** В настоящей работе рассмотрен процесс определения коэффициентов диффузии в гетерофазных материалах с использованием изотопа  $Ni^{63}$  с мягким  $\beta$ -излучением, когда линейный коэффициент поглощения ( $\mu$ ) радиоактивного излучения ( $J$ ) материалом исследуемого образца велик и  $\frac{dJ}{dh} \ll \mu J$  [6, 7]. Таким образом, интенсивность излучения пропорциональна концентрации диффундирующего вещества в слое образца ( $h$ ), прилегающем к поверхности изотопа.

Определено, что при малых коэффициентах диффузии, когда глубина диффузии  $h$  мала, можно получить надежные результаты только в том случае, если толщина  $a$  радиоактивного изотопа мала, т. е.  $a \ll h$ . При этом мы избегаем поглощения излучения в слое диффузанта (самопоглощения). Экспериментально установлено, что

при глубине диффузии  $\sim 10$  мкм, толщина радиоактивного слоя не должна превышать 0,5 мкм. Поэтому, в процессе напыления контроль толщины диффузионного слоя изотопа  $Ni^{63}$  на поверхности исследуемых образцов осуществляли с помощью двуканального кварцевого измерителя толщины (КИТ) - 2МК (рис. 1), разработанного для этих целей. Прибор оснащен клавиатурой, ЖК дисплеем и разъемом для подключения кабеля связи с компьютером. Определено, что при напылении изотопа на кварцевый датчик, частота последнего будет понижаться за счет того, что разность начальной и конечной частот пропорциональна изменению массы кварцевого датчика и соответственно толщине напыляемого слоя.

Толщина  $h$  определяется по градуировочным кривым  $h = \varphi(\Delta f)$  и измеряется в  $\text{Å}$ ;  $\Delta f$  - изменение частоты кварцевого резонатора в герцах. По относительному изменению частоты кварцевого датчика отслеживается текущая толщина пленки, скорость напыления, абсолютная частота датчика, время напыления слоя. Пределы измерения толщин пленок  $\sim 10^{-4}$  - 1 мкм с точностью до  $10^{-4}$  мкм. Счет активности может производиться в двух основных режимах [8]. Для снятия энергетических спектров исследуемых радионуклидов используется режим сцинтилляционного спектрометра (рис. 2). В этом режиме с помощью программного обеспечения можно непосредственно получать форму энергетического распределения и некоторые предварительные диффузионные параметры. Второй счетный режим реализует получение информации непосредственно с фотоэлектронного умножителя (ФЭУ). Получаемый сигнал являет собой совокупность счетных импульсов, которые подсчитываются электронным счетчиком, программно встроенным в микроконтроллер.

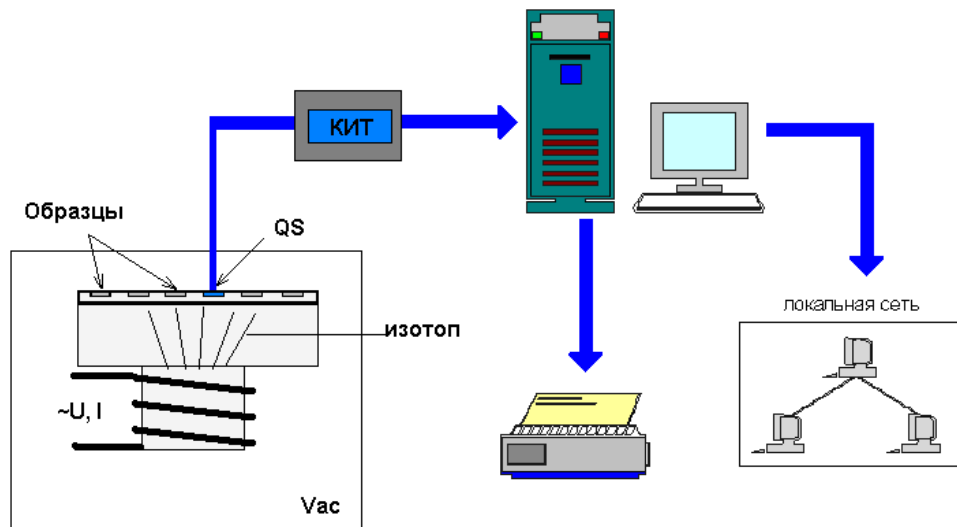


Рис. 1. Схема вакуумного напыления

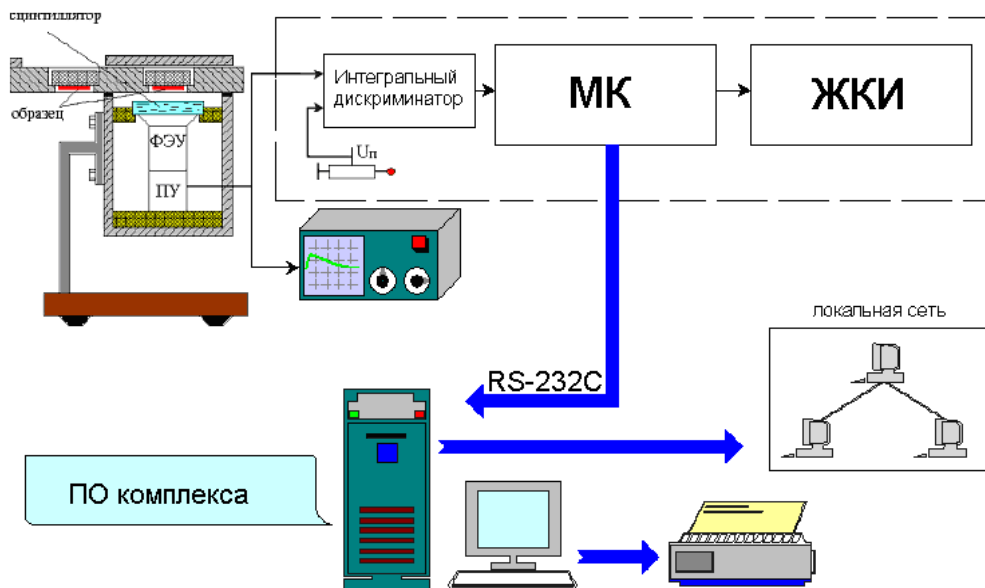


Рис. 2. Структурная схема установки для счета активности

После предварительной обработки получаемые данные об интенсивности излучения, идущего с поверхности образца, через согласователь логических уровней (СУ) в стандарте RS 232C передаются в управляющий компьютер установки. Порог срабатывания дискриминатора подбирается экспериментально для максимального устранения шумовых импульсов ФЭУ.

Виртуальные панели управления измерительным комплексом и программа многоканаль-

ного амплитудного анализатора реализованы в системе Lab VIEW, где имеются также базы данных химических элементов и радиоизотопов.

Анализ диффузионных потоков в композитах методом компьютерного моделирования проведен как на образцах с совершенной биметаллической структурой, так и изотропной. Отметим, что в образцах с однородным упорядоченным расположением фазовых составляющих

структура не изменяется при продолжительных отжигах до 0,8-0,85  $T_{пл}$ .

**2. Экспериментальные результаты и их обсуждение.** Разработанная методика была опробована на модельной системе Al-Ni, микроструктура которой представлена на рис. 3 [9]. В исследуемом диапазоне скоростей кристаллизации сплава Al-11об%  $Al_3Ni$ , диаметр стержней составлял 6,54...0,93 мкм (рис. 3 а, б, в).

Температурная зависимость параметров диффузии системы Al-Ni приведена на рис. 4, б, в. Как видно, обнаружено заметное изменение коэф-

фициента диффузии от дисперсности и микроморфологии фаз. Согласно модели независимых диффузионных потоков атомов, коэффициент диффузии в композите

$$D_{эвт} = D_{об} + LD_{гр}, \quad (1)$$

где  $L$  - величина, связанная с протяженностью границы раздела и зависящая от скорости кристаллизации (рис. 4,а), т. е.  $L = A\rho d$ , где  $A$  - константа;  $\rho$  - плотность;  $d$  - диаметр волокон.

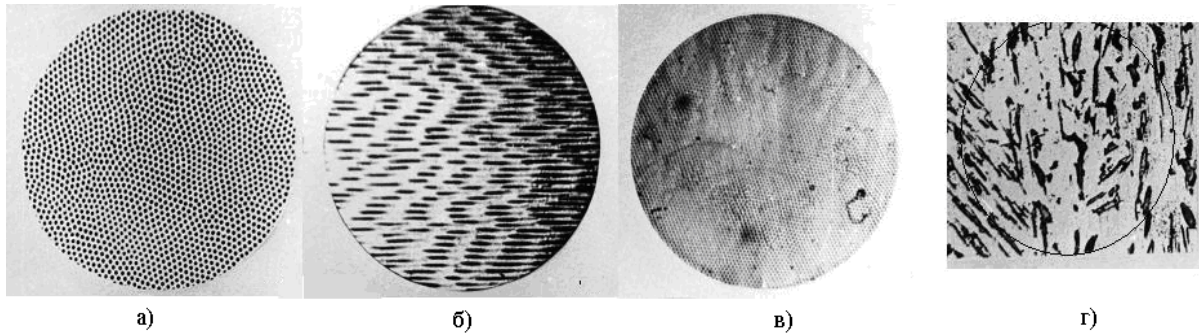


Рис. 3. Микроструктура композиции Al-Ni: а)-  $R=6,8 \cdot 10^{-5}$  м/с, попер. сеч;  $\times 650$ ; б)-  $R=5,55 \cdot 10^{-5}$  м/с, прод. сеч;  $\times 600$ ; в)-  $R=13,8 \cdot 10^{-5}$  м/с, попер. сеч;  $\times 850$ ; г)- литая структура;  $\times 250$

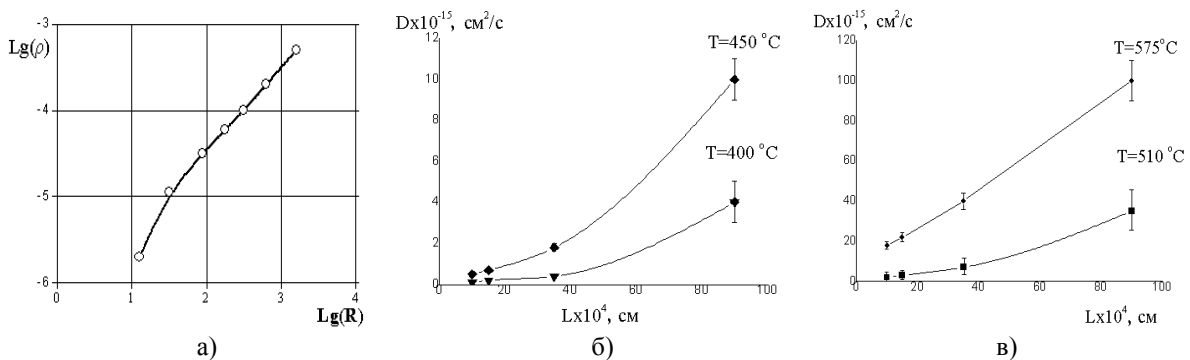


Рис. 4. Зависимость плотности волокон и параметров диффузии от скорости кристаллизации  $R$  (ЭК Al- $Al_3Ni$ ): а) - зависимость плотности волокон  $\rho$  от скорости кристаллизации; б, в) - изменение коэффициента диффузии  $D$  от протяженности межфазных границ  $L$

Можно считать, что диаметр волокон  $d$  при заданной температуре не изменяется с увеличением дисперсности композита, так как величина поверхности, занятой волокнами при неизменной их длине не меняется вследствие постоянства объема (~11 об%) армирующей фазы. Величина  $D_{гр}$  также остается постоянной в предположении, что структура межфазной границы не будет существенно зависеть от дисперсности армирующей фазы, что наиболее характерно для композита  $Al_3Ni$ . Как установлено, диффузия по армирующим фазам в исследуемых интервалах температур мала. При таких условиях коэффициент диффузии

$$D_{эвт} = D_{об} + CD_{гр}R^{1/2}, \quad (2)$$

где  $C$ -постоянная. Таким образом, из простейшей модели независимых потоков следует, что эффективный коэффициент диффузии должен линейно зависеть от протяженности межфазных границ. Однако согласно экспериментальным данным линейная зависимость наблюдается лишь при высоких температурах. При низких температурах зависимость  $D=D(L)$  значительно отклоняется от линейной (рис. 4, б, в). Причиной такого отклонения является наличие вблизи межфазных границ зоны неравновесных дефектов, обусловленных, в частности, термическими напряжениями. В области

высоких температур роль неравновесных дефектов снижается и предсказанное моделью независимых потоков соотношение (1) выполняется.

**Выводы.** Согласно разработанной методике, применение быстродействующей счетной аппаратуры увеличивает эффективность определения параметров диффузии и обеспечивает возможность использования изотопов с различными периодами полураспада.

Применения КИТ позволяет контролировать толщину напыляемого покрытия и коррелировать отсутствие самопоглощения при определенных толщинах.

Показано, что существует соответствие между результатом компьютерного моделирования и экспериментальным результатом.

Показано, что при высоких температурах наблюдается линейная зависимость эффективных коэффициентов диффузии изотопа  $Ni^{63}$  в алюминиевых сплавах от протяженности межфазных границ, при низких - величина  $D_{эфф}$  зависит от  $L$  нелинейным образом.

Определяющее влияние на диффузионные процессы в эвтектических композиционных материалах оказывает наличие полукогерентных границ раздела, термические напряжения, условия формирования композитной микроструктуры.

1. Прогресивні матеріали і технології. - Київ: Академперіодика. - 2003. - 2. - 652 с.
2. Fernandez J. R., Monti A. M. Point defect diffusion in complex alloys // PM, Munich, Germany. - 2004. - P.184-189.
3. Azhaza V. M., Azarenkov N. A., Semenenko V. E., Podzolkova V. V. Microstructure and hardness of natural composite materials //Materials Int. Conf. "Modern Materials Science: Achievements and Problems", Sept., Kiev. - 2005. - 1. - P.15-17.
4. Семененко В. Е., Пилипенко Н. Н., Посухов А. С. Высокопрочные износостойкие композиты // Сверхтвердые материалы. - 2006. - №5. - С.72-78.
5. Тихоновский М. А. Исследование направленных фазовых превращений и разработка микрокомпозитных материалов в ННЦ ХФТИ // ВАНТ. Сер. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. - 2004. - (14), №6. - С.115-127.
6. Семененко В.Е., Тихоновский М.А. Диффузия радиоактивного никеля в гетерофазных материалах с контролируе-

мой микроструктурой // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. - 1998. - Вып. 3(69). - С.151-152.

7. Zitveld J. V., Endo H. Diffusion in nickel alloys // Non Crist. Solids. - 2005. - 728. - P.205-207.
8. Бородавка А. Е., Посухов А. С., Семененко В. Е., Стервоедов С. Н.. Компьютеризированный комплекс для исследования процессов диффузии в металлах и сплавах радиоактивным методом // Радиофизика и электроника. - Харьков: Ин-т радиофизики и электрон. НАН Украины. - 2005. - 10, №2. - С.326-330.
9. Азаренков Н. А., Литовченко С. В., Семененко В. Е. и др. Моделирование диффузионных процессов и экспериментальное определение параметров диффузии в конструкционных материалах с использованием радиоактивных изотопов // ВАНТ. Серія «Радиационное материаловедение», Харьков. - 2007. - С.86-91.

## THE DIFFUSION PARAMETERS DETERMINATION METHOD IN GETEROPHASE MATERIALS

A. S. Posukhov, V. Y. Semenenko,  
N. G. Stervoyedov

The results of diffusion parameters determination in composite materials methodic upgrading are presented. The practical abilities and experimental results of diffusion measurements of  $Ni^{63}$  in Al and Ni alloys are showed.

**Key words:** diffusion, radioactive isotope, composite, quartz thickness measurer, microcontroller.

## МЕТОДИКИ ВИЗНАЧЕННЯ ПАРАМЕТРІВ ДИФУЗІЇ В ГЕТЕРОФАЗНИХ МАТЕРІАЛАХ

О. С. Посухов, В. Є. Семененко,  
М. Г. Стервоедов

Розглянуто особливості удосконаленої методики визначення параметрів дифузії в композиційних матеріалах. Наведено експериментальні результати вимірювань коефіцієнтів дифузії  $Ni^{63}$  у сплавах Al та Ni у залежності від протяжності міжфазних границь.

**Ключові слова:** дифузія, радіоактивний ізотоп, композит, кварцовий вимірювач товщини, мікроконтролер.

Рукопись поступила 10 мая 2007 г.