

УДК 539.219.3

МОДИФИЦИРОВАННЫЙ АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ДИФФУЗИИ

А.С. Посухов, В.Е. Семененко, Н.Г. Стервояедов, Т.А. Коваленко

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина

61108, пр. Курчатова, 31, г. Харьков

e-mail: posuhov@vandex.ru

Received 3 May 2012, accepted 22 May 2012

В работе представлены модифицированный абсорбционный метод для исследования диффузии в металлах и сплавах и структура приборного измерительного комплекса для определения ее параметров. Разработан способ градиентных измерений, с помощью которых реализуется определение энергии активации E и предэкспоненциального множителя D_0 за один цикл диффузионного отжига. Проведены контрольные измерения параметров диффузии на сплавах никеля и алюминия, полученных направленной кристаллизацией. Полученные результаты по параметрам диффузии хорошо согласуются с известными литературными данными.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: диффузия, модифицированный абсорбционный метод, градиент температуры

MODIFIED ABSORPTION METHOD OF DIFFUSION PARAMETERS DETERMINATION

O.S. Posukhov, V.Y. Semenenko, M.G. Stervoyedov, T.O. Kovalenko

Karazin Kharkov National University

61108, Kurchatova ave, 31, Kharkov, Ukraine

Both the modified method for the study of diffusion in metals and alloys and the structure of instrumental measuring complex has been presented. The new method for the determination of activation energy E and preexponential factor D_0 for one cycle of the diffusion annealing has been developed. The results obtained for the diffusion parameters are in good agreement with published data.

KEY WORDS: diffusion, modified absorption method, temperature gradient

МОДИФІКОВАНИЙ АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ПАРАМЕТРІВ ДИФУЗІЇ

О.С. Посухов, В.Е. Семененко, М.Г. Стервояедов, Т.О. Коваленко

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

61108, пр. Курчатова, 31, м. Харків

У роботі представлено модифікований абсорбційний метод для дослідження дифузії у металах та сплавах, а також структуру приладового вимірювального комплексу для визначення її параметрів. Розроблено спосіб градієнтних вимірювань, за допомогою яких реалізується визначення енергії активації E та передекспоненціального множника D_0 за один цикл дифузійного відпалу. Проведено контрольні вимірювання параметрів дифузії на сплавах нікелю та алюмінію, отриманих направленою кристалізацією. Отримані результати за параметрами дифузії добре співпадають з відомими літературними даними.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: дифузія, модифікований абсорбційний метод, градієнт температури

Диффузия является физическим процессом, определяющим стабильность и изменение физико-механических свойств металлов и сплавов при критических режимах эксплуатации – воздействии высоких температур, механических нагрузок, радиационного облучения, сильных электрических и магнитных полей. Знание численных значений основных параметров диффузии - энергии активации E и предэкспоненциального множителя D_0 в зависимости коэффициента диффузии D от температуры T при различных силовых воздействиях на образец:

$$D = D_0 \exp(- E / RT), \quad (1)$$

где R – постоянная Ридберга, позволяет определить, в конечном счете, возможность применения сплава в требуемых сложных условиях. Эти данные получают из графиков зависимости логарифма коэффициента диффузии от обратной температуры.

Коэффициенты диффузии в диапазоне температур могут быть получены многими методами, в том числе и методом радиоактивной метки. Одним из высокочувствительных неразрушающих методов является абсорбционный метод, позволяющий с высокой точностью определить основные параметры диффузии по изменению активности радиоактивного изотопа на поверхности исследуемого образца до и после диффузионного отжига. Однако, этот метод требует для исследования наличия большого количества одинаково подготовленных образцов, каждый из которых отжигается в высоком вакууме определенное время t при заданной температуре T . При этом набегают значительное суммарное время исследования, а также проявляются погрешности, связанные с неидентичностью подготовленных образцов, конечным временем подъема температуры до заданного для каждого образца уровня, изменения поверхностной активности за счет малого периода полураспада применяемого изотопа и другие составляющие, влияющие на точность экспериментов.

Целью настоящей работы явилось увеличение экспрессности измерений с одновременным улучшением

точности экспериментальных исследований диффузии абсорбционным методом с использованием радиоактивных изотопов, а целью - разработка способа градиентных измерений, с помощью которых можно реализовать определение энергии активации E и предэкспоненциального множителя D_0 за один цикл диффузионного отжига, а также его реализация в виде приборного комплекса.

ПОСТАНОВКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В основу предлагаемого способа измерений взят классический абсорбционный метод определения параметров диффузии с помощью радиоактивных изотопов [1]. Образец для исследования изготавливается в виде прямоугольной пластины, толщина которой l много больше наносимого тонкого слоя диффундирующего элемента h , ($h \ll l$), а длина определяется количеством точек измерения, эквивалентным количеству образцов при классических измерениях в заданном диапазоне температур. В образце делаются прорезы, делящие поверхность образца на прямоугольные элементы, по площади, совпадающие с апертурным окном детектора излучения. Через маску вакуумным напылением наносится слой радиоактивного изотопа. Площадь отверстий в маске меньше площади прямоугольных элементов для исключения влияния на точность последующих измерений возможной поверхностной диффузии. После нанесения изотопа измеряется его начальная активность J_0 на установке, схема которой аналогична [2]. При правильно подобранных режимах напыления и on-line контроле толщины наносимой пленки поверхностная активность по всей длине образца с точностью до статистической погрешности одинакова. На следующем этапе исследования образец подвергается диффузионному отжигу при наличии градиента температуры вдоль образца. На рис. 1 схематично приведен способ диффузионного отжига в таком режиме.

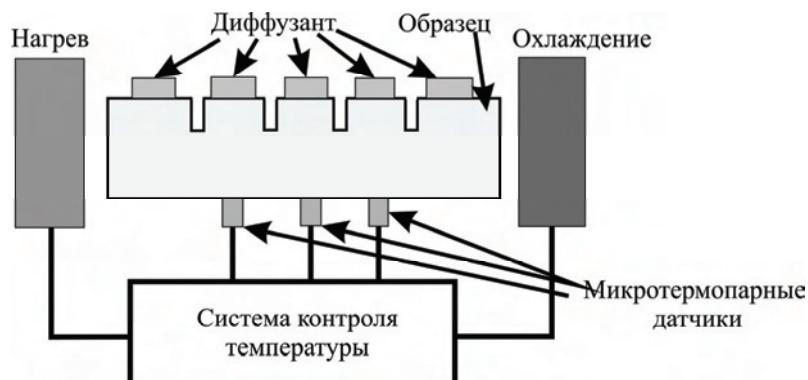


Рис.1. Схема диффузионного отжига при наличии градиента температуры

Один конец образца подвергается нагреву, в то время как второй охлаждается проточной водой до комнатной температуры. При этом осуществляется непрерывный контроль распределения температуры вдоль образца с помощью многоканальной системы микротермопарного контроля температуры. Различная температура отдельных участков образца является причиной различий коэффициентов диффузии и различной скорости проникновения диффундирующего элемента вглубь образца, причем скорость протекания диффузии будет тем больше, чем выше температура диффузионного отжига в локальном месте. При взаимной двухкомпонентной диффузии наблюдается как диффузия компонента А (радиоактивный диффузент) в компонент Б (материал матрицы), так и диффузия компонента Б в компонент А. Но так как слой радиоактивного компонента достаточно тонок, то изменением активности за счет диффузии атомов исследуемого образца можно пренебречь, также, как и самопоглощением излучения в радиоактивном слое.

После диффузионного отжига проводится повторное измерение активности J на поверхности. При этом охлаждаемый конец пластины используется как контрольный образец, практически не подвергнутый диффузионному отжигу.

Модифицированная схема комплекса для измерения активности на поверхности представлена на рис. 2. Получаемые данные об активности после предварительной обработки передаются в персональный компьютер, где подвергаются дальнейшему анализу и выводятся на интерфейс программы пользователя в графическом и/или табличном виде.

Так как слой образца толщиной x ослабляет излучение в $\exp(-\mu x)$ раз, отношение активностей на поверхности можно выразить [3] соотношением:

$$\frac{J_t}{J_0} = \exp(z^2)(1 - \operatorname{erf}(z)), \quad (2)$$

где $z = \mu\sqrt{Dt}$, а μ - коэффициент поглощения излучения материалом матрицы.

По времени диффузионного отжига t и известному μ находятся коэффициенты диффузии D для всех температурных участков образца. По измеренным значениям D строится график зависимости логарифма D от обратной температуры, что дает возможность получить численные значения энергии активации и

предэкспоненциального множителя.

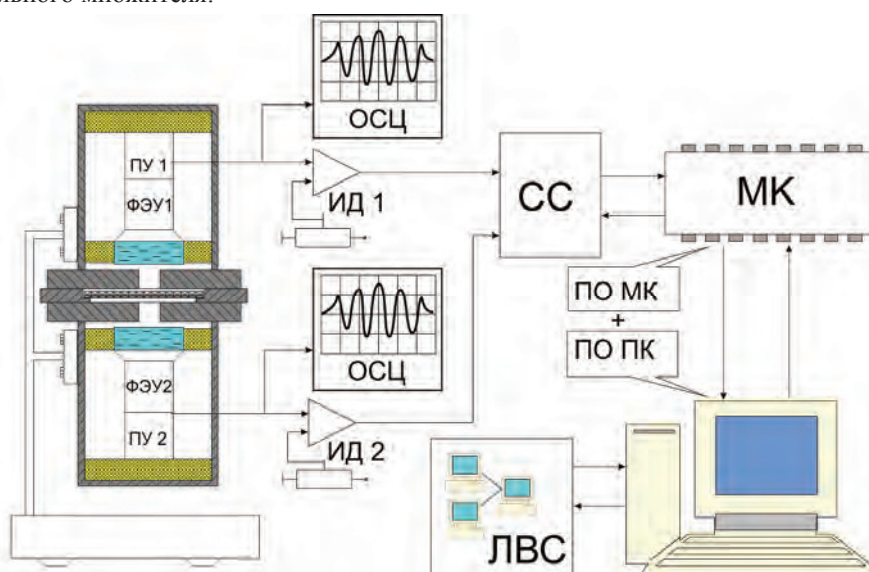


Рис.2. Структурная схема комплекса для измерения активности на поверхности образца

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Модифицированный метод определения параметров диффузии в металлах и сплавах был опробован на сплавах Al-Ni, полученных направленной кристаллизацией. В ходе контрольного исследования образец подвергся диффузионному отжигу, при котором создавался температурный градиент в интервале 30-570 °С.

Были измерены активности каждого участка пластины, по которым рассчитаны коэффициенты диффузии. Алгоритм измерения активности с циклическим измерением активности контрольного участка образца дал возможность повысить точность измерения исключением погрешности, вызванной нестабильностью электронной аппаратуры и за счет учета изменения активности при малой постоянной распада радиоактивного элемента (рис.3.).

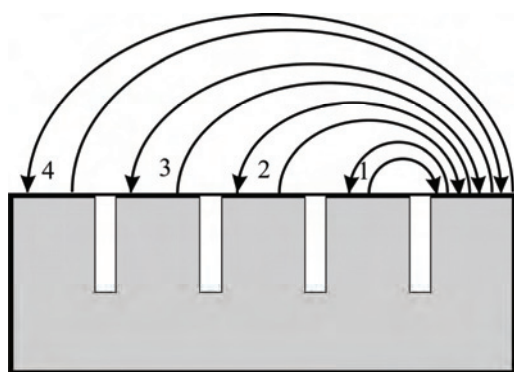


Рис.3. Использование контрольного образца

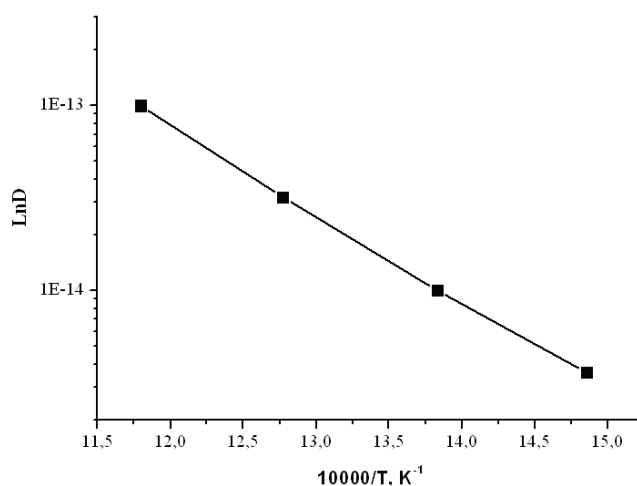


Рис.4. Зависимость коэффициента диффузии от обратной температуры

Полученная зависимость (рис. 4.) согласуется с результатами, полученными в работе [4]. Температурная зависимость коэффициента диффузии при этом определяется следующим выражением:

$$D = (1,1 \pm 0,1) \cdot 10^{-7} \exp\left(-\frac{98550 \pm 590}{RT}\right), (\text{см}^2 \cdot \text{с}^{-1}). \quad (3)$$

ВЫВОДЫ

Модифицированный абсорбционный метод позволяет значительно снизить время определения энергии активации и предэкспоненциального множителя при исследовании температурной зависимости коэффициентов диффузии благодаря наличию градиента температуры, сформированного в образце во время диффузионного отжига.

Получение всех необходимых данных в течение одного эксперимента позволяет исключить погрешность, вносимую внешними факторами, например, неидентичностью изучаемых образцов, различным временем подъема температуры до температуры диффузионного отжига и соответственно различного времени охлаждения, погрешностью измерения активности за счет распада радиоактивного элемента.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mehrer H. Diffusion in solids. – Springer, 2007. – 651 p.
2. Borodavka A.E., Posukhov A.S., Semenenko V.E., Stervoedov S.N. Komp'yuterizirovanny kompleks dlya issledovaniya protsessov diffuzii v metalakh i splavakh radioaktivnym metodom // Radiofizika i elektronika. – 2005. – Т.10. – №2. – S.326 – 330.
3. Larikov L.N., Isaychev V.I. Diffuziya v metallakh i splavakh. – Kiev: Naukova dumka, 1987. – 510s.
4. Azarenkov N.A., Litovchenko S.V., Semenenko V.E., Stervoedov N.G., Posukhov A.S. Modelirovanie difuzionnykh protsessov i eksperimental'noe opredelenie parametrov diffuzii v konstruktsionnykh materialakh s ispol'zovaniem radioaktivnykh izotopov // VANT, Ser. Fizika radiatsionnykh povrezhdeniy i radiatsionnoe materialovedenie (88). – 2007. – №5. – S.76 – 81.