УДК 669.3 + 669.2/.8.02/.09

НАЧАЛЬНОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ КОМПОНЕНТОВ СПЛАВОВ В ЭКСПЕРИМЕНТЕ ПО ТЕМПЕРАТУРНО-ПРОГРАММИРУЕМОЙ ДЕСОРБЦИИ

С.И. Морозов[1], *Д.А. Жеребцов*[2]

Рассмотрены состояния свободной поверхности двухкомпонентных сплавов Cu–Ag по изображениям, полученным с помощью растрового электронного микроскопа. Исследовано начальное распределение компонентов сплавов, изученных методом температурно-программируемой десорбции. Подтверждено расслоение поверхностного твердого раствора на две фазы, богатые медью и серебром, отмечена их эволюция в зависимости от объемного содержания серебра

Ключевые слова: температурно-программируемая десорбция, масс-спектрометрия, поверхность, поверхностные фазы, двухкомпонентные сплавы Cu–Ag, растровая электронная микроскопия.

Введение. Развитие промышленного производства в современных условиях требует постоянного совершенствования технологических процессов, создания новых материалов с заданными свойствами, использования специальных датчиков для измерения и контроля изготавливаемой продукции. Разработка новых технологий невозможна без четкого понимания процессов, протекающих на поверхности металлов и их сплавов в широком интервале температур как в твердом, так и жидком состоянии. Для изучения свойств поверхности используются различные методы, которые взаимно дополняют друг друга и позволяют получить уникальную информацию для создания необходимых моделей. Одним из таких методов является метод температурно-программируемой десорбции [1], позволяющий получить надежную информацию в области температур от 800 до 1500 К.

Метод. В данной работе исследовались свободные поверхности двухкомпонентных сплавов Cu–Ag с содержанием серебра 5,0; 19,9 и 72,0 вес. %, которые изучались ранее методом температурно-программируемой десорбции (ТПД) в интервале температур от 700 до 1500 К как в твердом, так и жидком состояниях [2].

Данные сплавы приготовлены из чистых металлов Cu (99,99 %) и Ag (99,999 %) плавкой в корундовом тигле в атмосфере гелия марки ВЧ с выдержкой 10 мин при T = 1500 К с последующим гомогенизирующим отжигом в течении двух часов при 1100 К.

В связи с особенностями физической реализации метод ТПД [3] не позволяет получать надежную и точную информацию о состоянии поверхности сплавов при комнатной температуре. Данные о модели поверхностного слоя можно извлечь косвенно, использовав предложенную методику [4]. Для ее проверки и уточнения полученной модели было проведено данное исследование морфологии поверхности закристаллизованных расплавов на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-7001F с термополевой пушкой с радиусом острия катода 350 нм, при токе электронного пучка 335 пА, разрешение 7 нм, при вакууме в камере образца 10^{-5} Па, при увеличении от 200 до 20 000 крат. Элементный анализ проводился при помощи рентгенофлуоресцентного анализатора Oxford INCA X-max 80 с кремний-дрейфовым детектором площадью 80 мм^2, охлаждаемым элементами Пельтье до –60 °С.

Результаты. С помощью электронного микроскопа получены изображения поверхности исследуемых двойных сплавов Cu–Ag с содержанием серебра 5,0; 19,9 и 72,0 вес. % (рис. 1).

На рис. 1 представлены свободные поверхности исследуемых сплавов, что позволяет проследить изменения состояния поверхности с увеличением содержания серебра.

[1] Морозов Сергей Иванович – доцент, кандидат физико-математических наук, кафедра общей и теоретической физики, Южно-Уральский государственный университет. E-mail: morozov@physics.susu.ac.ru

[2] Жеребцов Дмитрий Анатольевич – кандидат химических наук, инженер, кафедра физической химии, Южно-Уральский государственный университет.

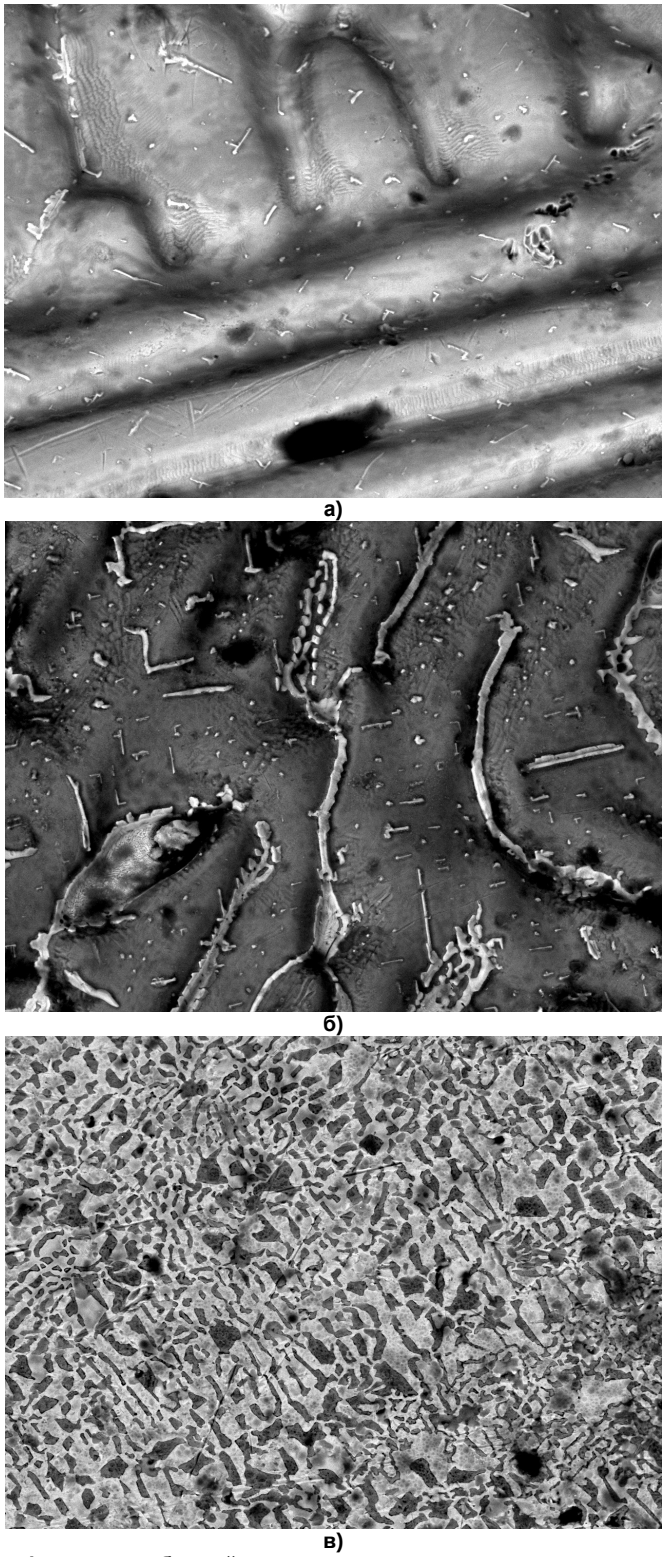

Рис. 1. Морфология свободной поверхности двухкомпонентных сплавов Cu–Ag в режиме регистрации отраженных электронов (увеличение 1000): а) 5,0 вес. % Ag, б) 19,9 вес. %, в) 72,0 вес. %

На рис. 1, а отчетливо видны монокристаллические области меди размером 10х200 мкм, упорядоченные в перпендикулярных направлениях. На их поверхности заметные светлые игольчатые кристаллы, когерентно выделившиеся из твердого раствора фазы на основе серебра (рис. 2), имеющие другую ориентацию, но сохраняющие перпендикулярность между собой. Поперечное сечение кристаллов фазы на основе серебра составляет от 0,25 мкм до 1 мкм.

С помощью микрорентгеноспектрального анализа были получены карты распределения элементов сплава Cu с 5 вес. % Ag (рис. 3) (белые светлые области отражают большее содержание соответствующего элемента на поверхности).

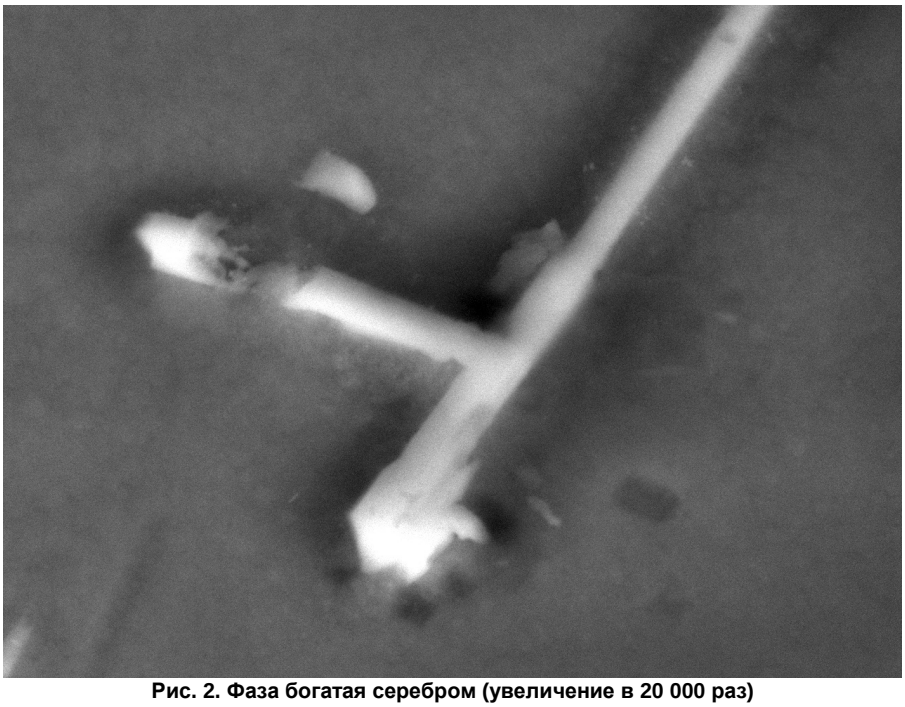

Рис. 2. Фаза богатая серебром (увеличение в 20 000 раз)

С увеличением содержания серебра в объеме до 19,9 вес. % количество областей богатых серебром возрастает. Они, кроме отмеченных ранее, образуют кристаллы фазы на основе серебра между кристаллами фазы на основе меди (рис 1, *б*). Размер кристаллов фазы на основе серебра достигает 2,5 х 40 мкм.

Образование кристаллов двух фаз становится особенно отчетливым при 72,0 вес. % Ag (рис. 1, *в*). Области богатые серебром занимают обширную часть поверхности. Размеры кристаллов обоих фаз составляют 2,5–5 мкм.

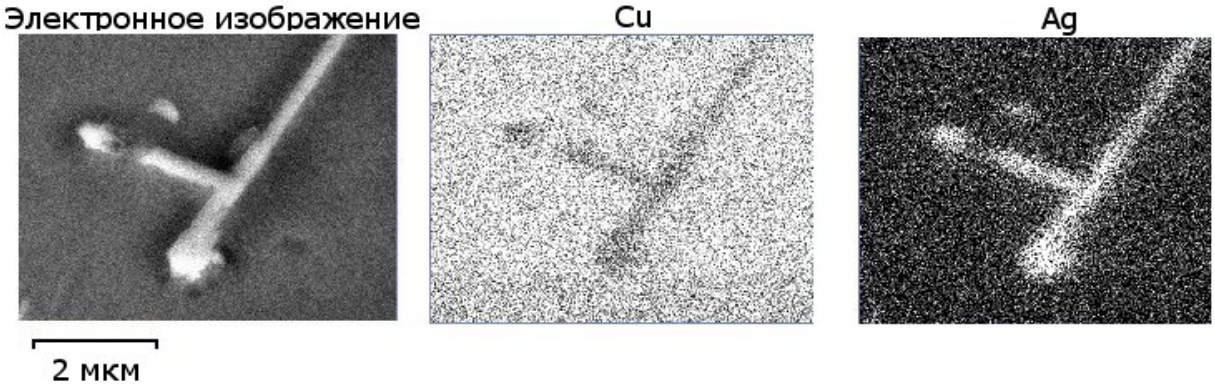

Рис. 3. Распределение элементов сплава Cu–Ag с 5 вес. % (увеличение в 1000 раз)

Как показывает элементный анализ, состав поверхности исследуемых образцов (см. таблицу) незначительно отличается от объемного состава, что не согласуется с [2]. Возможно, это объясняется более значительной глубиной поверхностного слоя (до 10 мкм), используемой анализатором для определения состава поверхности.

Выводы. Таким образом, исследовано распределение компонентов сплавов Cu–Ag, которое частично подтверждает модель расположения атомов меди и серебра на поверхности, предложенную в работе [2] по результатам изучения термической десорбции компонентов исследуемых сплавов в твердом и жидком состояниях.

Концентрация компонентов сплава в поверхностных слоях, вес. %

Сплав Cu–Ag	Cu	Ag
5,0	94,9	5,1
19,9	76,3	23,7
72,0	32,8	67,3

Литература

1. Вяткин, Г.П. Поверхностная сегрегация и десорбция при фазовых переходах в металлах // Г.П. Вяткин, Т.П. Привалова. – Ч.: Издательство ЧГТУ, 1996. – 276 с.

2. Поверхностная сегрегация серебра в сплавах Cu–Ag / Г.П. Вяткин, Т.О. Алексеева, Т.П. Привалова и др. // Физико-химические основы металлургических процессов: сб. науч. тр. – Челябинск: ЧГТУ, 1995. – С. 80–85.

3. Термодесорбционная масс-спектрометрия жидкого металла / Г.П. Вяткин, Д.В. Пастухов, Т.П. Привалова, Т.Ю. Никонова // Расплавы. – 1993. – № 1. – С. 3–9.

4. Пат. 2000625 Российская Федерация, МПК[5] H01J49/14, H01J49/26. Способ определения поверхностной концентрации компонентов бинарного сплава методом термодесорбционной масс-спектрометрии / Д.В. Пастухов, Г.П. Вяткин, Т.П. Привалова, А.Н. Головин; опубл. 07.09.1993.

Поступила в редакцию 30 марта 2012 г.

THE INITIAL DISTRIBUTION OF ALLOY COMPONENTS IN THE EXPERIMENT OF TEMPERATURE PROGRAMMING DESORPTION

S.I. Morozov[1], D.A. Zherebtsov[2]

This paper considers the conditions of thebinary alloys Cu–Ag free surfaces judging by the images obtained by means of a scanning electron microscope. The initial distribution of alloy components, studied by temperature programming desorption method, were analyzed. The solid solution layering to Cu and Ag rich phases was confirmed. Their evolution depending on Ag volume content was observed.

Keywords: temperature-programming desorption, mass-spectrometry, surface, surface phases, Cu–Ag binary alloy, scanning electronic microscope.

References

1. Vyatkin G.P., Privalova T.P. *Poverkhnostnaia segregatsiia i desorbtsiia pri fazovykh perekhodakh v metallakh* (Surface segregation and desorption under phase transitions in metals). Chelyabinsk, Izd-vo ChGTU, 1996. 276 p. (in Russ.).

2. Vyatkin G.P., Alekseeva T.O., Privalova T.P., Pastukhov D.V., Morozov S.I. *Poverkhnostnaja segregacija serebra v splavakh Cu–Ag* (Silver surface segregation in alloys Cu–Ag). Fiziko-khimicheskie osnovy metallurgicheskikh processov: sb. nauch. tr (Physico-chemical bases of metallurgical processes: a collection of scientific proceedings). Cheljabinsk: ChGTU, 1995. pp. 80–85. (in Russ.).

3. Vyatkin G.P., Pastukhov D.V., Privalova T.P., Nikonova T.Yu. Termodesorbcionnaja mass-spektrometrija zhidkogo metalla (Thermal desorption mass spectrometry of liquid metal). *Rasplavy*. 1993. no. 1. pp. 3–9. (in Russ.).

4. Pastukhov D.V., Vyatkin G.P., Privalova T.P., Golovin A.N. *Sposob opredelenija poverkhnostnojj koncentracii komponentov binarnogo splava metodom termodesorbcionnojj mass-spektrometrii* (The method for determining surface concentrations of the binary alloy using thermal desorption mass spectrometry). Patent RU 2000625 no. 2000625 MPK[5] H01J49/14, H01J49/26.

[1] Morozov Sergey Ivanovich is Cand. Sc.(Physics and Mathematics), associate professor, General and Theoretical Physics Department, South Ural State University. E-mail: morozov@physics.susu.ac.ru

[2] Zherebtsov Dmitry Anatolievich is Cand. Sc.(Chemistry), engineer, Physical Chemistry Department, South Ural State University