

УДК 681.183

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-87-92

Исследование влияния рентгеновского излучения на структуру и микротвердость композита, наполненного порошком вольфрама

© 2018 г. А.А. Лозован, Ф.Е. Вилков

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ)

Статья поступила в редакцию 24.05.18 г., доработана 27.05.18 г., подписана в печать 04.06.18 г.

Исследована радиационная стойкость композиционного материала, наполненного мелкодисперсным порошком вольфрама с размером частиц 200–500 нм. Изучаемый композит предназначен для обеспечения радиационной защиты радиоэлектронной аппаратуры. Образец с исследуемым материалом облучался рентгеновским излучением сплошного спектра до величины поглощенной дозы, равной 3 МГр. Характеристикой радиационной стойкости служило изменение микротвердости образца до и после облучения рентгеновским излучением. Методом растровой электронной микроскопии исследована микроструктура поперечного скола образца после облучения и установлено отсутствие видимых дефектов в структуре. Этот результат можно объяснить равномерным рассеиванием энергии от локальных напряжений за счет высокой степени наполнения композита порошком вольфрама, обладающего высоким коэффициентом теплопроводности. В ходе исследования микротвердости облученного образца выявлено ее 10 %-ное увеличение, что можно объяснить эффектом радиационного упрочнения, когда при повышении прочности происходит одновременный рост микротвердости. Экспериментально установлено, что данный эффект проявляет себя с ростом поглощенной дозы излучения.

Ключевые слова: дисперсно-наполненный композит, мелкодисперсный порошок вольфрама, радиационная стойкость, микротвердость, растровая электронная микроскопия, рентгеновское излучение, поглощенная доза.

Лозован А.А. – докт. техн. наук, профессор кафедры «Технологии и системы автоматизированного проектирования металлургических процессов» (ТиСАПМП) МАИ (121552, г. Москва, ул. Оршанская, 3).
E-mail: loz-plasma@yandex.ru.

Вилков Ф.Е. – аспирант кафедры ТиСАПМП МАИ. E-mail: vilkovfe@gmail.com.

Для цитирования: Лозован А.А., Вилков Ф.Е. Исследование влияния рентгеновского излучения на структуру и микротвердость композита, наполненного порошком вольфрама // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2018. No. 3. С. 87–92. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-87-92.

Lozovan A.A., Vilkov F.E.

Investigation of X-ray radiation effect on the structure and microhardness of tungsten powder filled composite

The study focuses on the radiation resistance of a composite filled with fine tungsten powder having the 200–500 nm particle size. The studied composite is designed to provide radiation protection of electronic equipment. A sample with the test material was exposed to continuous spectrum X-ray radiation to an absorbed dose of 3 MGy. A characteristic of radiation resistance was sample microhardness measured before and after X-ray irradiation. Scanning electron microscopy was used to study the microstructure of a sample transverse cleavage after irradiation, and it was found that the sample had no visible defects in its structure. This result can be explained by uniform energy dispersion from local stresses due to high degree of composite filling with tungsten powder having a high thermal conductivity coefficient. The study of sample microhardness showed its 10 % increase attributable to the radiation hardening effect where increasing strength results in a simultaneous increase in microhardness. Experiments proved that this effect is manifested with an increase in the absorbed radiation dose.

Keywords: dispersion-filled composite, fine tungsten powder, radiation resistance, microhardness, scanning electron microscopy, X-ray radiation, absorbed dose.

Lozovan A.A. – Dr. Sci (Tech.), Prof., Department of technologies and systems of computer-aided design of metallurgical processes, Moscow Aviation Institute (National Research University), (121552, Russia, Moscow, Orshanskaya str., 3).
E-mail: loz-plasma@yandex.ru.

Vilkov F.E. – Grad. student, Department of technologies and systems of computer-aided design of metallurgical processes, Moscow Aviation Institute (National Research University). E-mail: vilkovfe@gmail.com.

Citation: Lozovan A.A., Vilkov F.E. Issledovanie vliyaniya rentgenovskogo izlucheniya na strukturu i mikrotverdost' kompozita, napolnennogo poroshkom vol'frama. Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya. 2018. No. 3. P. 87–92.
DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-87-92.

Введение

Длительная эксплуатация космических аппаратов (КА), доходящая до 15 лет и более, проходит в полях ионизирующих излучений, таких, как солнечное излучение, галактические космические лучи, радиационные пояса Ван-Аллена [1–5]. Известно [6], что воздействие ионизирующих излучений вызывает дестабилизирующее влияние на конструкции и материалы КА. При высоких поглощенных дозах в материалах КА могут возникать структурные повреждения, изменение механических свойств и массы вследствие радиационного газовыделения. Поэтому разработка перспективных радиационно-защитных материалов космического применения обязательно включает в себя анализ их радиационной стойкости.

Исследования изменения свойств, вызванных радиационным воздействием, зачастую направлены на изучение композитов, связующую основу которых составляют органические матрицы (эпоксидные и полиамидные смолы, высокомолекулярные соединения и т.д.) [7–9], тогда как материалы на основе неорганических связующих, например силикатов щелочных металлов ($M_2O + SiO_2$, где M — катион Na, K или Li) [10], рассматриваются достаточно редко. Особый интерес вызывают композиты, наполненные дисперсными металлическими порошками, в которых массовое соотношение матрица : наполнитель составляет 1 : 2 и более, — так называемые высоконаполненные материалы. Их механические характеристики в первую очередь будут определяться свойства-

ми порошка наполнителя, в то время как влияние связующей матрицы может являться дополняющим.

В данной работе с целью исследования радиационной стойкости радиационно-защитного композита, наполненного дисперсным порошком вольфрама, были проведены измерения микротвердости до и после дозового воздействия, а также анализ микроструктуры на предмет видимых морфологических изменений.

Материалы и методики исследования

Объектом изучения выступали образцы дисперсно-наполненного композита, содержащего:

- наполнитель — мелкодисперсный порошок вольфрама (рис. 1) с насыпной плотностью 15 г/см^3 (ТУ 1791-003-36280340-2008);
- связующее — жидкое стекло (ГОСТ 13078-81);
- отвердитель — натрий кремнефтористый (Na_2SiF_6) химически чистый (ТУ 6-09-1461-85).

Исследуемый материал применяется как часть (слой) многослойного радиационно-защитного композита для радиоэлектронной аппаратуры космических аппаратов [11, 12].

Покрытие получали перемешиванием компонентов в фарфоровой емкости в нормальных условиях. Отношение массы наполнителя к связующему составляло 2,5 : 1,0. Компоненты наполнителя перемешивали с отвердителем и эту смесь добавляли в силикатную матрицу. После получения однородной, равномерно окрашенной массы без комков компаунд кисточкой наносили на металлическую подложку и направляли на суш-

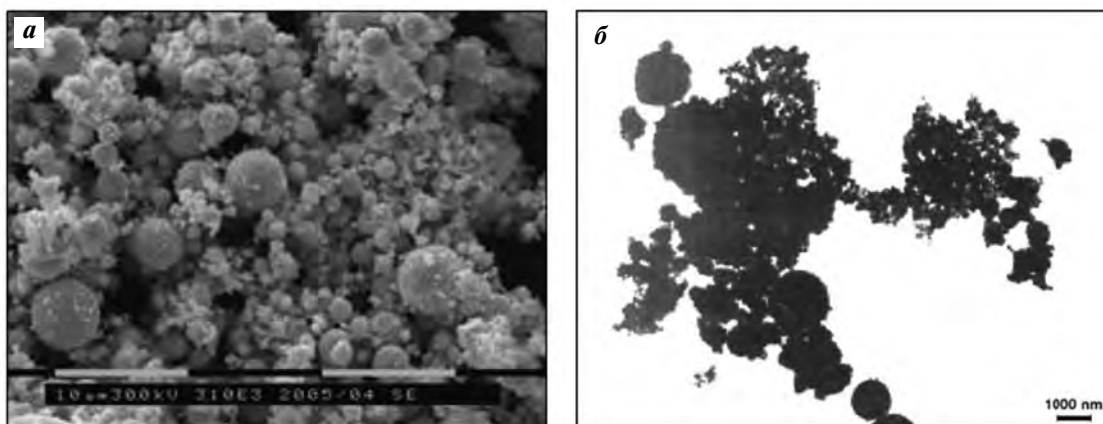


Рис. 1. Фотографии порошка вольфрама, полученные при помощи растрового (а) и просвечивающего (б) электронных микроскопов

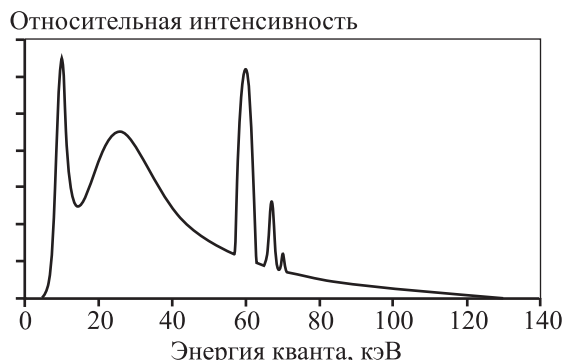


Рис. 2. Спектр рентгеновского излучения, испускаемого вольфрамовой мишенью при напряжении на трубке $U = 130$ кВ

ку в муфельную печь. Время сушки составляло 60 мин.

Облучение опытного образца проводили рентгеновским излучением сплошного спектра (рис. 2) на установке Phoenix|x-rayanapome|x 180. Напряжение на трубке составляло 130 кВ.

Спектр непрерывно распределен по всем длинам волн до коротковолновой границы [13], определяемой энергией падающих электронов согласно

$$h\nu = \frac{hc}{\lambda_k} = eU,$$

где h — постоянная Планка ($6,63 \cdot 10^{-34}$ Дж·с = $4,14 \cdot 10^{-15}$ эВ·с); ν — частота рентгеновского излучения, Гц; c — скорость света, км/с; λ_k — коротковолновая граница, м; $e = -1,602 \cdot 10^{-19}$ Кл — заряд электрона; U — ускоряющее напряжение на рентгеновской трубке, кВ.

Отсюда

$$\lambda_k = \frac{hc}{eU}.$$

Образец располагался в 10 мм от коллиматора и облучался до поглощенной дозы $D = 3$ МГр. При достижении значения $D = 1$ МГр образец вынимался для промежуточного исследования механических свойств.

Характеризующим параметром радиационной стойкости композита принималась микротвердость. Известно, что величина HV чувствительна к морфологическим и структурным изменениям в материале. Так, при введении индентора (пирамиды или конуса) напряженное состояние локализуется в достаточно малом объеме, и предполагается, что в исследовании таким способом определяется

реальная структура композита, а следовательно, и ее изменения при радиационном воздействии [14—18]. Кроме того, изучалась микроструктура поперечного скола облучаемого композита до и после облучения.

Микротвердость определялась на микротвердомере HVS-100 при температуре окружающего воздуха 22 °С. Измерения проводились путем надавливания четырехгранной алмазной пирамиды твердомера в 5 произвольных точках исследуемого материала до и после облучения до указанных выше поглощенных доз. Определялись значения длин обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки (d_1 и d_2), после чего вычислялось среднее арифметическое (d , мм) [19].

Твердость по Виккерсу рассчитывалась по формуле

$$HV = \frac{0,102 \cdot 2F \sin \alpha/2}{d^2} = \frac{0,189F}{d^2},$$

где F — нагрузка, Н; $\alpha = 136^\circ$ — угол между противоположными гранями пирамиды при вершине.

Исследование микроструктуры образца осуществлялось методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на приборе JEOL JCM-6000 Neoscope.

Результаты и их обсуждение

Согласно результатам РЭМ (рис. 3) материал состоит из частиц сферической формы размером порядка 2—5 мкм, которые равномерно распределены по объему композита. Проведенный микроанализ элементного состава частиц показал, что данные новообразования являются продуктами

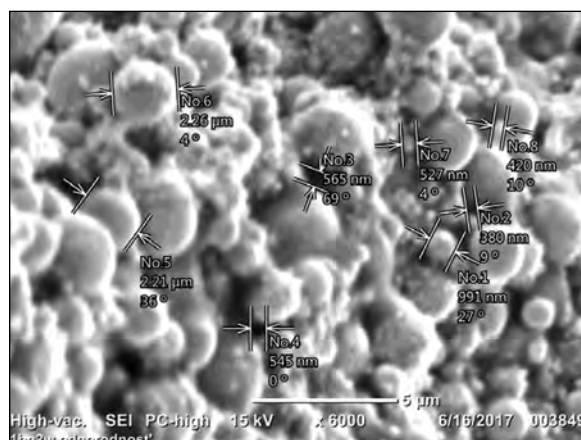


Рис. 3. Микроструктура и размеры новообразований композита

коагуляции порошка наполнителя и жидкосте-
кольной матрицы с отвердителем (рис. 4).

В таблице приведены данные по микротвердо-
сти образцов до и после их облучения.

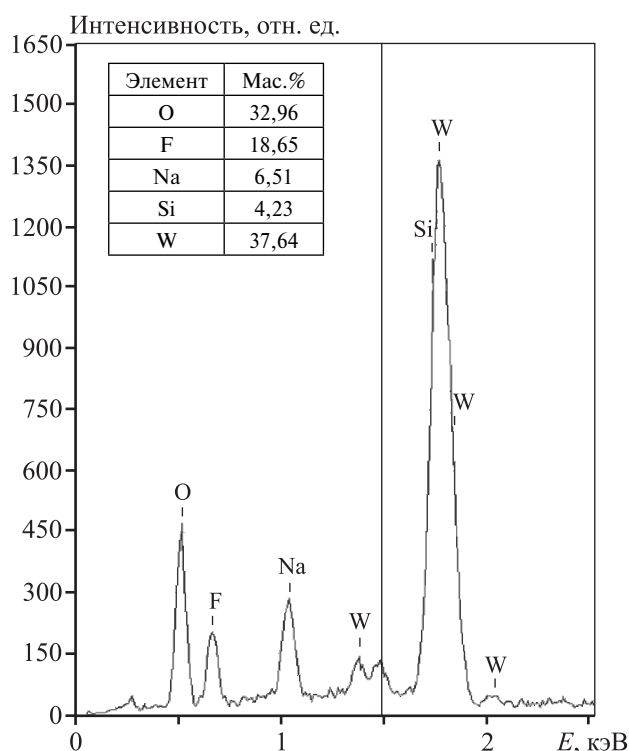


Рис. 4. Результаты микроанализа
элементного состава коагуляционной частицы
в произвольной точке

Как можно заметить, во всех трех случаях ве-
личина HV устойчиво растет одновременно с
повышением поглощенной дозы. Полученный
экспериментальный результат можно объяснить

Значения микротвердости образцов до и после их облучения

D , МГр	d_1	d_2	HV	F , Н
0	193,6	190,8	50,1	9,8
	190,1	189,2	51,5	
	189,3	189,5	51,6	
	192,8	190,9	50,3	
	192,7	190,5	50,5	
$HV_{cp} = 50,8 \pm 0,9$				
1	177,8	175,8	59,3	9,8
	174,5	175,7	60,4	
	177,4	176,7	59,1	
	176,1	176,9	59,5	
	175,9	175,3	60,1	
$HV_{cp} = 59,7 \pm 0,7$				
3	172,4	173,6	61,9	9,8
	174,4	171,1	62,1	
	172,1	171,8	62,6	
	172,6	173,1	62,0	
	172,3	173,2	62,1	
$HV_{cp} = 62,1 \pm 0,3$				

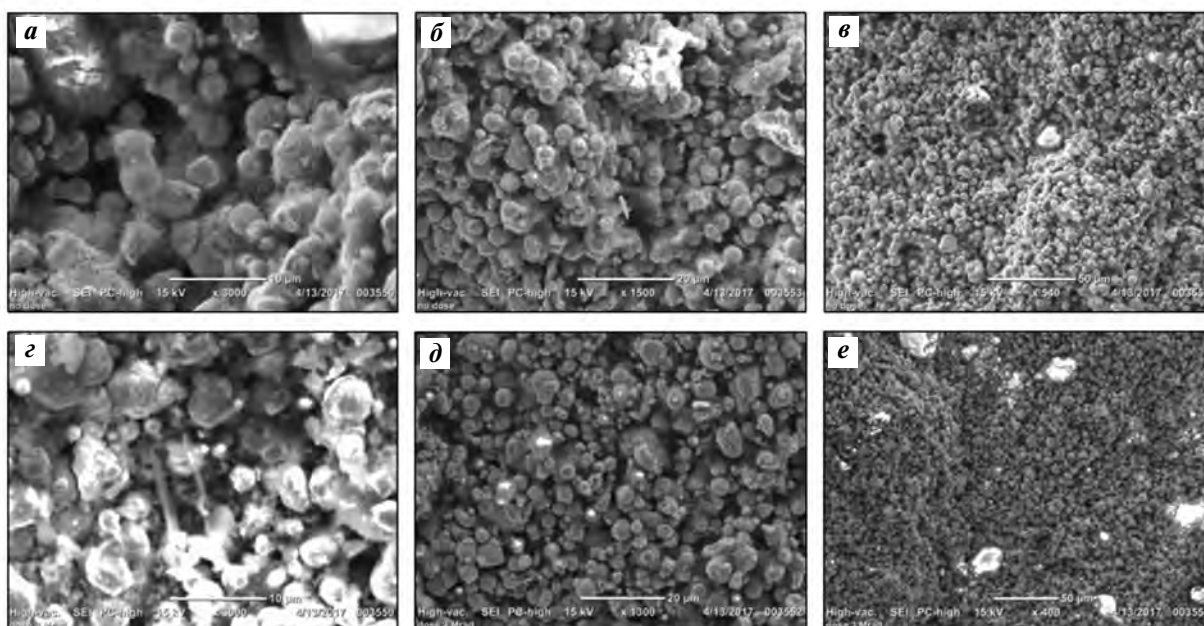


Рис. 5. Микрофотографии образцов без облучения (а–в) и после него ($D = 3$ МГр) (г–е)

тем, что эффект приповерхностного радиационно-индуцированного упрочнения, зависящий от поглощенной дозы, происходит вследствие радиационной полимеризации жидкостекольного связующего или в результате разделения твердого раствора с образованием новых структурных состояний. При рассмотрении твердого раствора в композите может проявиться множество межфазных границ, которые препятствуют перемещению дислокаций и повышают прочность материала.

При анализе морфологии поперечного среза было установлено, что композиционный материал видимых структурных и морфологических изменений после рентгеновского воздействия не имеет (рис. 5).

Полученный результат можно объяснить тем, что образование дефектов в композите происходит, когда выделяется достаточная для этого энергия. В нашем случае отсутствие видимых дефектов в структуре облучаемого образца можно объяснить равномерным рассеиванием энергии от локальных напряженностей за счет высокой степени наполнения композита металлическим вольфрамовым порошком (75 % от массы жидкого стекла), обладающим высоким коэффициентом теплопроводности — 173 Вт/(м·К).

Заключение

Проведены исследования радиационной стойкости высоконаполненного жидкостекольного материала. Величиной, характеризующей стойкость к радиационным воздействиям, принималась микротвердость по Виккерсу. Установлена неизменность микроструктуры композита до поглощенной дозы, равной 3 МГр. Экспериментально показано, что радиационное упрочнение исследуемого композита проявляет себя с ростом поглощенной дозы.

В целях более полного анализа стойкости разрабатываемого материала к радиационным воздействиям целесообразно облучить материал до значений поглощенных доз, при которых начинает проявляться радиационное охрупчивание.

Показана неизменность механических свойств при величине $D = 3$ МГр, на порядок более высокой, чем поглощенная доза в материалах, приобретаемая ими за 15-летний срок активного существования космических аппаратов для ряда наиболее освоенных околоземных орбит (геостационарная, высокоэллиптические, средневысотные, низкооколоземные) [6, 20—22]. Учитывая

полученные результаты, исследуемый материал можно рекомендовать к использованию в составе радиационно-защитного покрытия космического применения.

Литература/References

1. Lohmeyer W.Q., Cahoy K. Space weather radiation effects on geostationary satellite solid-state power amplifiers. *Space Weather*. 2013. Vol. 11. P. 476—488.
2. Zeynali O., Masti D., Gandomkar S. Shielding protection of electronic circuits against radiation effects of space high energy particles. *Adv. Appl. Sci. Res.* 2012. Vol. 3. No. 1. P. 446—451.
3. Hess Wilmot N. Energetic particles in the inner Van Allen belt. *Space Sci. Rev.* 1962. Vol. 1. P. 278—312.
4. Wilson J.W., Thibeault S.A., Cucinotta F.A., Shinn J.L., Kim M., Kiefer R., Badavi F.F. Issues in protection from galactic cosmic rays. *Radiation and Environmental Biophysics*. 1995. Vol. 34. P. 217—222.
5. Boudenot J.-Cl. Radiation space environment. In: *Radiation Effects on Embedded Systems*. Dordrecht: Springer, 2007. P. 1—9.
6. Панасюк М.И., Новиков Л.С. (ред.) Модель космоса: Науч.-инф. изд. М.: КДУ, 2007. Т. 1.; Model' kosmosa [The model of the space]. Moscow: KDU, 2007. Vol. 1.
7. Rawal Suraj P. Metal-matrix composites for space applications. *J. Miner., Met. Mater. Soc.* 2001. Vol. 53. P. 14—17.
8. Noor Azman Nurul Z., Siddiqui Salim A., Low It.M. Synthesis and characterization of epoxy composites filled with Pb, Bi or W compound for shielding of diagnostic X-rays. *Appl. Phys.* 2013. Vol. 110. P. 137—144.
9. Павленко В.И., Ястребинский Р.Н., Едаменко О.Д., Тарасов Д.Г. Воздействие высокоэнергетических пучков быстрых электронов на полимерные радиационно-защитные композиты. *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 2010. No. 1. С. 129—134; Pavlenko V.I., Yastrebinskiy R.N., Edamenko O.D., Tarasov D.G. Vozdeystvie vyisokoenergeticheskikh puchkov bystrykh elektronov na polimernye radiatsionno-zaschitnyie kompozityi [Impact of high-energy bunches of fast electrons on polymeric radiation protective composites]. *Voprosy atomnoy nauki i tehniki. Ser. Fizika radiatsionnykh povrezhdeniy i radiatsionnoe materialovedenie*. 2010. No. 1. P. 129—134.
10. Гришина А.Н., Королев Е.В. Жидкостекольные строительные материалы специального назначения. М.: МГСУ, 2015; Grishina A.N., Korolev E.V. Zhidkostekolnyie stroitelnyie materialy spetsialnogo naznacheniya [Liquid

- glass building materials for special purposes]. Moscow: MGSU, 2015.
11. Вилков Ф.Е., Владимиров Б.В., Толмачев В.И., Бочаров Е.Н., Агафонов Р.Ю., Попкова О.Г. Радиационно-защитное покрытие радиоэлектронной аппаратуры: Пат. 2605608 (РФ). 2016; *Vilkov F.E., Vladimirov B.V., Tolmachev V.I., Bocharov E.N., Agafonov R.Y., Popkova O.G.* Radiatsionno-zaschitnoe pokrytie radioelektronnoy apparatury [Radiation-protective coating of radio electronic equipment]: Pat. 2605608 (RF). 2016.
12. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Бажанов А.В., Касицын А.Н., Щекотурова О.Е., Соловьев М.К. Исследование радиационно-защитных свойств высоконаполненного жидкостекольного материала. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2017. No. 9. С. 22—27; *Vilkov F.E., Lozovan A.A., Bazhanov A.V., Kasitsyn A.N., Schekoturova O.E., Solovlev M.K.* Investigation of the radiation-protective properties of a highly filled liquid glass material. *J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2017. Vol. 11. No. 5. P. 912—916.
13. Källen G. Elementary particle physics. MA: Addison-Wesley, 1964.
14. Nilam S., Singh N.L., Desai C.F., Singh K.P. Microhardness and radiation damage studies of proton irradiated Kapton films. *Radiation Measurements*. 2003. Vol. 36. P. 699—702.
15. Ganeev R.A. Low-power laser hardening of steels. *J. Mater. Process. Technol.* 2002. Vol. 121. P. 414—419.
16. Manas D., Hribova M., Manas M., Ovsik M., Stanek M., Samek D. The effect of beta irradiation on morphology and micro hardness of polypropylene thin layers. *Thin Solid Films*. 2013. Vol. 530. P. 49—52.
17. Shah N., Singh D., Shah S., Qureshi A., Singh N.L., Singh K.P. Study of microhardness and electrical properties of proton irradiated polyethersulfone (PES). *Bull. Mater. Sci.* 2007. Vol. 30. P. 477—480.
18. Golovin Y.I., Dmitrievskii A.A., Suchkova N.Y., Badylevich M.V. Multistage radiation-stimulated changes in the microhardness of silicon single crystals exposed to low-intensity β irradiation. *Phys. Solid State*. 2005. Vol. 47. P. 1278—1281.
19. ГОСТ 9450-76 Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд-во стандартов, 1977; GOST 9450-76. Izmerenie mikrotverdsti vdvavlivanem almaznykh nakonechnikov [Measurement of microhardness by indenting diamond tips]. Moscow: Izdatelstvo standartov, 1977.
20. Безродных И.П., Морозова Е.И., Петрукович А.А. Радиационные условия на геостационарной орбите. *Вопросы электромеханики: Тр. НПП «ВНИИЭМ»*. 2010. Т. 117. No. 4. С. 33—42; *Bezrodnykh I.P., Morozova E.I., Petrukovich A.A.* Radiatsionnyye usloviya na geostatsionarnoy orbite [Radiation conditions in the geostationary orbit]. *Voprosyi elektromehaniiki: Trudyi NPP «VNIIEМ»*. 2010. Vol. 117. No. 4. P. 33—42.
21. Безродных И.П., Казанцев С.Г., Семенов В.Т. Радиационные условия на солнечно-синхронных орбитах в период максимума солнечной активности. *Вопросы электромеханики: Тр. НПП «ВНИИЭМ»*. 2010. Т. 116. No. 3. С. 23—26; *Bezrodnykh I.P., Kazantsev S.G., Semenov V.T.* Radiatsionnyye usloviya na solnechno-sinhronnykh orbitah v period maksimuma solnechnoy aktivnosti [Radiation conditions in sun-synchronous orbits during the period of maximum solar activity]. *Voprosyi elektromehaniiki: Trudyi NPP «VNIIEМ»*. 2010. Vol. 116. No. 3. P. 23—26.
22. Panasyuk M.I., Podzolk M.V., Kovtyukh A.S., Osedlo V.I., Tulupov V.I., Yashin I.V. Modeling radiation conditions in orbits of projected system of small satellites for radiation monitoring. *Cosmic Research*. 2016. Vol. 54. P. 411—415.