

06.1

## Получение естественного металломатричного композита Al–Nb деформацией сдвигом под давлением и его эмиссионная эффективность в тлеющем разряде

© Р.Х. Хисамов, Г.Ф. Корзникова, Г.Р. Халикова, С.Н. Сергеев, К.С. Назаров, Р.У. Шаяхметов, Р.Р. Мулюков

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия  
E-mail: r.khisamov@mail.ru

Поступило в Редакцию 16 июня 2020 г.

В окончательной редакции 13 августа 2020 г.

Принято к публикации 27 августа 2020 г.

В результате деформации сдвигом под давлением с последующим отжигом получен естественный *in situ* металломатричный композит Al–Nb с долей интерметаллидной фазы  $Al_3Nb$  25 at.%. Исследована микроструктура композита. Определена эмиссионная эффективность в тлеющем разряде образцов композита Al–Nb, а также алюминия и ниобия в качестве холодных катодов. Проведен анализ различия тока тлеющего разряда при фиксированных напряжениях для катодов из исследованных материалов.

**Ключевые слова:** большая пластическая деформация, естественный композит, Al–Nb, тлеющий разряд, холодный катод.

DOI: 10.21883/PJTF.2020.23.50349.18425

Холодный катод является одним из основных элементов газоразрядных приборов с тлеющим разрядом (ионные источники, газовые лазеры, источники света и др.). Повышение эмиссионной эффективности холодного катода позволяет повысить эффективность работы таких приборов. Традиционно эффективность катода повышают путем подбора и варьирования химического состава материала, из которого он изготовлен. В частности, в состав катода вводят химические элементы со сниженной работой выхода электрона по сравнению с работой выхода основного материала (матрицы). Между тем введенные химические элементы, взаимодействуя с материалом катода, могут образовывать соединения, работа выхода которых не аддитивна относительно составляющих соединения химических элементов. Это может открыть путь к дополнительному повышению эмиссионной эффективности катода.

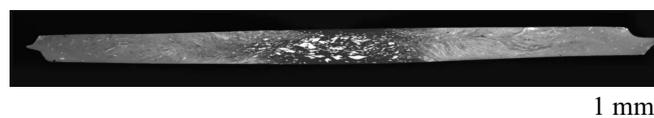
При получении металломатричных композитов химические соединения могут образовываться различными способами: посредством направленной кристаллизации сплавов, сварки взрывом, диффузионной сварки, пакетной прокатки, с использованием порошковых технологий, в результате больших пластических деформаций и др. [1–4]. Одним из методов получения естественных *in situ* металломатричных композитов является деформация сдвигом под давлением методом кручения под высоким давлением (КВД) [5–7]. Преимущество этого метода заключается в том, что, во-первых, он позволяет получать образцы композитов из пластин чистых металлов (прекурсоров), а во-вторых, и это немаловажно, получаемые образцы лишены пор и химических загрязнений, которые могут образовываться при использовании порошковых методов. Кроме того, КВД позволяет получать композиты из металлов с суще-

ственно различной температурой плавления (например, из Al и Nb), что сложно сделать, используя литейную технологию.

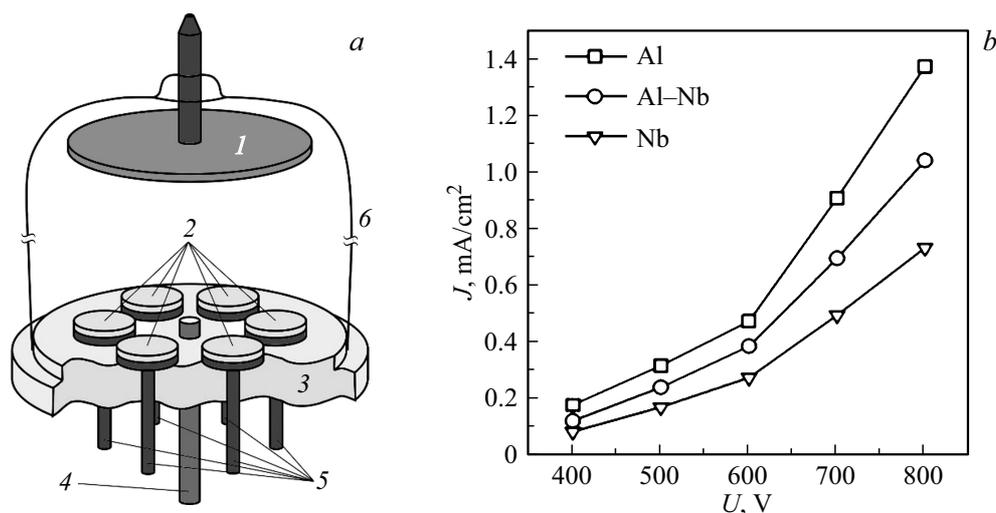
В настоящей работе представлены результаты исследований эмиссионной эффективности естественного *in situ* металломатричного композита системы Al–Nb, полученного методом КВД. Выбор этой системы металлов связан с тем, что значения работы выхода электрона Al (4.28 eV) и Nb (4.3 eV) [8] близки.

В качестве исходных материалов использовались Al (99.5 wt.%) и Nb (99 wt.%). Диски Al и Nb диаметром до 12 mm и толщиной 0.3–0.5 mm размещались в виде „сэндвича“ Al–Nb–Al между наковальнями Бриджмена [7,9]. В результате КВД при 5 GPa и числе оборотов 30 при комнатной температуре были получены монолитные образцы в виде дисков диаметром 12 mm и толщиной 0.6 mm.

Исследования с помощью сканирующего электронного микроскопа Mira 3LHM (Tescan, Чехия) показали, что на краю и на участке между центром и краем образца наблюдаются перемешанные слои Al и Nb по всей толщине образца (рис. 1). В центре образца перемешивание значительно слабее: наблюдаются отдельные включения Nb в Al. Такое отличие в перемешивании обусловлено тем, что, как известно, при КВД величина



**Рис. 1.** Изображение в режиме обратно отраженных электронов поперечного среза образца Al–Nb, полученного методом КВД. Темный контраст — Al, светлый — Nb.



**Рис. 2.** *a* — схема газоразрядной установки: 1 — анод, 2 — образцы-катоды, 3 — столик из диэлектрика, 4 — трубка для откачки и напуска газа, 5 — держатели, 6 — стеклянная колба. *b* — зависимость тока тлеющего разряда от напряжения для различных образцов.

степени деформации минимальна в центральной зоне образца. Степень деформации повышается от центра к краю образца.

Фазовый и количественный анализ образцов композита с помощью рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV с использованием  $\text{CuK}\alpha$ -излучения показал, что в спектре кроме пиков Al и Nb присутствуют пики, соответствующие интерметаллидной фазе  $\text{Al}_3\text{Nb}$ . При деформации методом КВД в образце может образовываться твердый раствор металлов [10–12], что может проявляться в некотором сдвиге на рентгенограмме пиков, соответствующих чистым металлам. В нашем случае речь может идти об образовании раствора Al в Nb. Однако этот факт в настоящей работе можно не учитывать, так как на основе этого эксперимента требуется определить долю образующегося в образце соединения  $\text{Al}_3\text{Nb}$ . Доля фазы  $\text{Al}_3\text{Nb}$  составила около 3.1 at.%, Al — 80.4 at.%, Nb — 16.5 at.%. В результате отжига образцов композита при температуре 600°C в течение 30 min доля фазы  $\text{Al}_3\text{Nb}$  увеличилась до 25 at.%, доля Al составила 65 at.%, Nb — 10 at.%

Об эмиссионной эффективности материала катода можно судить по величине тока тлеющего разряда  $J$  при фиксированных напряжениях  $U$ . Чем выше ток разряда при одинаковых условиях, тем выше эффективность материала катода. Для измерения эмиссионной эффективности в качестве катодов использовались отожженные образцы композита Al–Nb с долей фазы  $\text{Al}_3\text{Nb}$  25 at.%. Для сравнения были проведены измерения для образцов Al и Nb. Диаметр вырезанных образцов составлял 10 mm. Перед измерениями образцы подвергались одинаковой полировке для получения гладкой поверхности. Расстояние между анодом и плоскостью, где находились образцы, составляло 17 cm, давление газа было порядка 0.2 Torr. В качестве газа использовался

Ar (99.99%). Измерение тока тлеющего разряда проводилось одновременно со всех исследуемых образцов-катодов для обеспечения одинаковых условий, в частности величин напряжений и давления газа, с помощью газоразрядной установки (рис. 2, *a*). Ток разряда определялся с точностью до 1  $\mu\text{A}$ . Погрешность измерения составляла менее 10%.

При зажигании разряда на поверхности образцов наблюдалось катодное свечение. Ток тлеющего разряда между анодом и образцом Al во всем измеренном диапазоне напряжений превышал ток разряда между анодом и образцом Nb (рис. 2, *b*). Ток разряда для образца композита Al–Nb имел промежуточные значения между токами разряда для Al и Nb. Различие токов разряда  $J$  для разных материалов при одинаковых условиях проведения эксперимента означает, что их коэффициенты электронной эмиссии  $\gamma$  различаются. Известно, что  $J \propto (1 + \gamma)$  [13]. Следовательно, коэффициент  $\gamma$  для Al превышает коэффициент  $\gamma$  для Nb. Коэффициент  $\gamma$  композита Al–Nb имеет промежуточные между величинами для составляющих его металлов (Al и Nb) значения.

Поскольку значения работы выхода электрона Al и Nb близки, ожидалось, что коэффициенты  $\gamma$  и соответственно токи разряда  $J$  для них будут одинаковыми. Однако проведенные исследования показали, что ток разряда  $J$  и коэффициент  $\gamma$  для Al и Nb различаются. Подобные различия для других материалов наблюдались ранее в работах [13,14]. Скорее всего, это связано с тем, что в тлеющем разряде электронная эмиссия с катода помимо ионно-электронной эмиссии зависит от фотоэлектронной эмиссии, эмиссии за счет метастабильных ионов и нейтральных атомов [13–16], и количественные характеристики последних трех видов эмиссии имеют разные значения для Al и Nb. Коэффициент  $\gamma$  композита

Al–Nb с интерметаллидной фазой  $Al_3Nb$  (доля 25 at.%) аддитивно складывается из коэффициентов  $\gamma$  Al и Nb.

Таким образом, в результате КВД и последующего отжига при температуре  $600^\circ C$  получен естественный *in situ* металломатричный композит Al–Nb с интерметаллидной фазой  $Al_3Nb$  с долей 25 at.%. Установлено, что ток тлеющего разряда для катода из Al при фиксированных напряжениях превышает ток для катода из Nb. Ток для катода из композита Al–Nb имеет промежуточные между величинами для составляющих его металлов (Al и Nb) значения.

### Благодарности

Электронно-микроскопические исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН „Структурные и физико-механические исследования материалов“.

### Финансирование работы

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (грант № 18-12-00440) и частично поддержано государственным заданием ИПСМ РАН.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Колодяжный М.Ю., Нарский А.Р. // Электрометаллургия. 2017. № 8. С. 2–9. [Пер. версия: <https://doi.org/10.1134/S0036029517120047>].
- [2] Гринберг Б.А., Иванов М.А., Рыбин В.В., Елкина О.А., Иноземцев А.В., Волкова А.Ю., Кузьмин С.В., Лысак В.И. // ФММ. 2012. Т. 113. № 11. С. 1099–1110. [Пер. версия: <https://doi.org/10.1134/S0031918X12110075>].
- [3] Sarkeeva A.A., Kruglov A.A., Lutfullin R.Y., Gladkovskiy S.V., Zhilyaev A.P., Mulyukov R.R. // Composites B. 2020. V. 187. P. 107838. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.107838>
- [4] Светлов И.Л., Карнов М.И., Нейман А.В., Строганова Т.С. // Деформация и разрушение материалов. 2017. № 10. С. 17–22. [Пер. версия: <https://doi.org/10.1134/S0036029518040171>].
- [5] Han J-K., Herndon T., Jang J., Langdon T.G., Kawasaki M. // Adv. Eng. Mater. 2020. V. 22. P. 1901289. <https://doi.org/10.1002/adem.201901289>
- [6] Korznikova G., Kabirov R., Nazarov K., Khisamov R., Shayakhmetov R., Korznikova E., Khalikova G., Mulyukov R. // JOM. 2020. V. 72. P. 2898–2911. <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04152-1>
- [7] Korznikova G.F., Nazarov K.S., Khisamov R.K., Sergeev S.N., Shayakhmetov R.U., Khalikova G.R., Vaimova J.A., Glezer A.M., Mulyukov R.R. // Mater. Lett. 2019. V. 253. P. 412–415. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.07.124>
- [8] Michaelson H.B. // J. Appl. Phys. 1977. V. 48. P. 4729–4733. <https://doi.org/10.1063/1.323539>
- [9] Хисамов Р.Х., Тимирязев Р.Р., Сафаров И.М., Мулюков Р.Р. // Письма о материалах. 2020. Т. 10. № 2. С. 223–226. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-2-223-226>
- [10] Страумал Б.Б., Кильмаматов А.Р., Кучеев Ю.О., Колесникова К.И., Корнева А., Земба П., Барецки Б. // Письма в ЖЭТФ. 2014. Т. 100. В. 6. С. 418–422. DOI: 10.7868/S0370274X14180052 [Пер. версия: <https://doi.org/10.1134/S0021364014180106>].
- [11] Straumal B.B., Pontikis V., Kilmametov A.R., Mazilkin A.A., Dobatkin S.V., Baretzky B. // Acta Mater. 2017. V. 122. P. 60–71. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.024>
- [12] Straumal B.B., Kilmametov A.R., Ivanisenko Y., Kurmanaeva L., Baretzky B., Kucheev Y.O., Zięba P., Korneva A., Molodov D.A. // Mater. Lett. 2014. V. 118. P. 111–114. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.12.042>
- [13] Райзер Ю.П. Физика газового разряда. Долгопрудный: Интеллект, 2009. 736 с.
- [14] Arumugam S., Alex P., Sinha S.K. // Phys. Plasmas. 2017. V. 24. P. 112106. <https://doi.org/10.1063/1.4997622>
- [15] Bokhan A.P., Bokhan P.A., Zakrevsky D.E. // Appl. Phys. Lett. 2005. V. 86. P. 151503. <https://doi.org/10.1063/1.1901819>
- [16] Phelps A.V., Petrovic Z.L. // Plasma Sources Sci. Technol. 1999. V. 8. P. R21–R44. 0963-0252/99/030021+24 19.50