·离子束科学技术及其应用·



7075 铝合金的 Fe¹¹⁺离子辐照损伤研究

郭义盼1.2, 苏洋帜1, 张同林1, 常浩刚1, 王溪源1

(1. 南京航空航天大学航天学院,南京210016; 2. 南京航空航天大学空间光电探测与感知工业和信息化部重点实验室,南京210016)

摘 要: 7075 铝合金因其优异的各项性能,作为结构部件,广泛应用于航天领域中。航天器空间环境中存 在各种辐射粒子,这些粒子会对航天器材料产生不同程度的辐照损伤,对其可靠性构成了巨大的威胁,甚至会 导致航天任务失败。通过选取不同剂量下3 MeV 的 Fe¹¹⁺离子辐照 7075 铝合金,采用 XRD、AFM 和纳米压痕等测 试手段对 7075 铝合金的辐照损伤进行了研究,分析了辐照前后 7075 铝合金的微观组织、表面形貌和硬度的变 化。结果显示,离子辐照后的 7075 铝合金未形成新的相,且结构保持完整,表明其具有一定的抗辐照性能。同 时,观察表面发现了由级联碰撞演化及表面缺陷扩散导致的山峰状突起,且样品表面粗糙度和突起的分布密度 随剂量增加呈先增加后减小的趋势。另外,纳米压痕测试表明,辐照后样品硬度增加,且随剂量增加,硬度逐新 趋于饱和,经分析可知,样品产生辐照硬化是由于辐照缺陷阻碍了位错的滑移导致。

关键词: 7075 铝合金;离子辐照;表面粗糙度;辐照硬化;缺陷 中图分类号: O77⁺4; TG139⁺.4; O483 文献标志码: A doi: 10.11884/HPLPB202335.230154

Study on Fe¹¹⁺ ion irradiation damage of 7075 aluminum alloy

Guo Yipan^{1,2}, Su Yangfan¹, Zhang Tonglin¹, Chang Haogang¹, Wang Xiyuan¹

(1. School of Astronautics, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 211106, China;

2. Key Laboratory of Space Photoelectric Detection and Perception of Ministry of Industry and Information Technology, School of Astronautics, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 211106, China)

Abstract: 7075 aluminum alloy is widely used in the field of aerospace materials as a structural component due to its excellent properties. There are various radiation particles in the spacecraft space environment, which will cause different degrees of irradiation damage to spacecraft materials, and threaten their reliability, and even lead to failure of space missions. Selecting different doses of 3 MeV Fe¹¹⁺ ions to radiate the 7075 aluminum alloy, using XRD, AFM and nanoindentation to study the microstructure, surface morphology and hardness changes before and after irradiation, the tapered protrusions caused by cascade collision evolution and surface defect diffusion are found on the surface and the surface roughness of the sample increased first and then decreased after irradiation, and with the increase of dose, the hardness gradually became saturated. The analysis shows that the irradiation hardening of the sample is caused by the irradiation defects impeding the slippage of dislocations.

Key words: 7075 aluminum alloy, ion irradiation, surface roughness, irradiation hardening, defect

铝合金具有优良的导电性、导热性、抗腐蚀性、高强度、高比强度且密度低的优点,既可以满足航天器在复杂 航天环境中的材料要求,又可以实现航天器轻量化的设计要求^[1-2]。其中,7075 铝合金作为7 系铝合金的代表,有 着更为优异的力学性能,超高强度和韧性、耐腐蚀性,因而广泛应用于航天领域中的结构部件制造^[3-7]。广泛存在 于太空环境中的电子、质子以及各种带电粒子与材料相互作用产生辐照损伤对航天器的可靠性构成了巨大威胁, 因辐照损伤而导致的航天器故障的报道已有不少^[8-10],因此研究辐射粒子对航天用铝合金材料的辐照损伤效应有 着十分重要的现实意义。

粒子辐照材料后,在材料中引入了高密度的空位和间隙原子等基本缺陷,这些缺陷通过迁移、聚集、湮灭、生

^{*} 收稿日期:2023-05-30; 修订日期:2023-09-17 基金项目:南京航空航天大学工业和信息化部重点实验室开放课题(NJ2022025-7);中央高校基本科研业务费专项资金项目(NJ2022025) 联系方式:郭义盼, guoyipan@nuaa.edu.cn。

长与合并等方式,导致材料的微观结构发生演变,进一步形成位错环、空洞、气泡等。大量的辐照缺陷累积使材料的宏观性能如力学性能、硬度等金属性能发生变化,这些变化加剧材料性能的劣化,如材料脆化,塑性降低等问题,最终有可能导致航天器的功能失效,因此研究7075 铝合金的辐照损伤尤为关键。国内外关于铝合金的辐照损伤研究已有报道^[11-16],发现铝合金辐照后会形成位错等微观缺陷,同时材料的机械性能诸如摩擦系数等也会产生一定的变化,目前,相关研究大多聚焦于能量为 keV 量级,Z≤2 的离子(Z表示原子质子数)导致的7075 铝合金微观结构的变化,关于更高能量的重离子导致的微观结构和宏观性能变化的同时研究较少,而深空中的离子种类囊括了质子到铀核的所有粒子,且能谱覆盖了从 1~10¹⁴ MeV 的能量范围^[17,18]。因此,为更全面深入观察重离子对7075 铝合金所产生的辐照损伤,本工作选用不同剂量的 3 MeV 的 Fe¹¹⁺离子辐照7075 铝合金,对其辐照前后的微观结构、表面形貌和硬度变化规律展开详细研究,从而为7075 铝合金在航天领域的服役性能、寿命等提供一定的实验数据与评估依据。

1 辐照实验与表征手段

辐照实验是在中国科学院近代物理研究所 320 kV 低能 重离子综合研究平台进行的。实验中,采用 3 MeV Fe¹¹⁺离 子,在室温下,垂直于样品表面入射。辐照注量分别为 10¹⁴ ions/cm²、5×10¹⁴ ions/cm²、10¹⁵ ions/cm²。实验 用 7075 铝合金样品由 GoodFellow 公司提供,热处理状态为 T6,样品大小为 15 mm×15 mm×1 mm,其表面进行了抛光处 理。材料具体化学成分如表 1 所示。

表 1 7075 铝合金样品化学成分表			
Table 1 Chemical composition table of 7075			
aluminum alloy sample			
ingredient element	mass fraction/%		
Al	93.59		
Zn	2.36		
Mg	2.89		
Cu	0.66		
Si	0.50		

采用 SRIM-2013 的 Full Damage Cascades 模式来计算离 Cu 0.66 子辐照造成的损伤^[19]。采用 dpa(displacement per atom) 来衡 Si 0.50 量辐照损伤程度, dpa 指的是在样品被辐照区域中晶体的每个点阵原子平均被击出而发生离位的次数, 计算式^[20] 为

$$dpa = \frac{damage \times fluence \times 10^8}{\rho}$$
(1)

式中: damage 为平均每个入射离子在不同深度处单位距离内产生的空位数,可由 Vacancy.txt 文件中的空位数据计算获得, fluence 为离子辐照注量, ρ 为材料密度, 单位为 atom/cm³, 由公式(1)可计算出每个剂量对应的 dpa 值, 由 SRIM 模拟结果可知, 损伤峰值深度约为 1.8 μ m, 离子入射最大深度约为 2.4 μ m, 通过公式(1)的计算, 当入射注量为 10¹⁴ ions/cm²、5×10¹⁴ ions/cm²、10¹⁵ ions/cm² 和 5×10¹⁵ ions/cm² 时, 样品相应的离位损伤分别为 0.16 dpa、0.78 dpa、1.60 dpa 和 7.80 dpa。

使用 X 射线衍射仪(XRD)、原子力显微镜(AFM)和纳米压痕等实验设备对辐照前后的 7075 铝合金进行测试 分析。其中 X 射线衍射仪型号为 Panalytical Empyrean,测量角度范围为 20°~110°,测量步长为 0.02°,所采用靶材 为铜靶;原子力显微镜 AFM 的型号为 NT-MDT 的 NTEGRA,测试模式选为轻敲模式,选区最大范围为 10 µm×10 µm, 为保证实验结果的准确性,每个样品选区间隔大于 100 µm,每个剂量点反复测量三次,最终取三次数据的平均值

作为表面粗糙度数值。纳米压痕测试仪器型号为 Nano indentor200纳米压痕仪,应变速率为0.05~1.00,压头为 Berkovich 三棱锥型压头,每个样品选取5个测试点,测试点 间距大于70μm,以减小每个压痕点造成的形变区域相互影 响,每点的最大压入深度为1500nm进行测量。

2 结果与讨论

2.1 XRD 结果与讨论

如图 1 所示,7075 铝合金的 XRD 谱图显示, 衍射峰的 2*θ* 角为 38.386°、44.596°、64.925°、78.054°, 分别对应面心立 方结构 7075 铝合金的 (111)、(200)、(220)、(311) 晶面。辐照 前后的 7075 铝合金样品 XRD 谱图均未观察到与新相形成



Fig. 1 XRD patterns of 7075 aluminum alloy sample (blank and after irradiation)

图 1 空白样和辐照后的 7075 铝合金样品 XRD 图谱

相关的峰,这说明 7075 铝合金具有良好的耐辐照性能,在不同注量的 3 MeV 的 Fe^{ll+}离子辐照下均未对样品的相组成造成变化。

2.2 AFM 表面粗糙度结果分析

图 2 为辐照前后样品表面三维形貌,结果显示,辐照剂量从 0 dpa 增加至 0.78 dpa,样品表面的突起分布密度相 比于空白样品均有增加。当辐照剂量进一步增加至 1.60 dpa 和 7.80 dpa 时,样品表面趋于平缓,且突起分布密度相 比于低剂量时有所降低。在类似离子辐照铝合金的研究中也发现了这种山峰状突起^[21],其形成机制是固体中高能 粒子的减速过程中,会将其动能的一部分转移给固体中的靶原子。反冲原子反过来也会将一部分能量转移给其他 原子。能量的传递导致在固体中形成了一个被强烈的破坏、很热的区域,区域中会存在很大的压强,在几皮秒内 随着粒子碰撞,压强的峰值甚至会达到 5~8 GPa,这会在近表面区域发生微爆炸,形成这种纳米量级的山峰状小突 起^[22]。为更清晰地分析辐照前后样品表面粗糙度(RMS)的变化,对其进行了定量测试,图 3 为表面粗糙度数值随 剂量变化关系图。



 Fig. 2
 Three-dimensional topography images of sample before and after irradiation

 图 2
 空白样品与辐照后的样品的三维形貌图像

可以看出,样品受辐照之后的表面粗糙度变化呈先增大 后减小的趋势。剂量较低时(0.16 dpa~0.78 dpa),Fe¹¹⁺离子 辐照在样品表面引入空位、贫原子区等结构缺陷,表面原子 塑性流动能力差,形成了许多山峰状突起的损伤峰,导致表 面粗糙度不断升高,而随着入射剂量的不断增加(1.60 dpa~ 7.80 dpa),大量能量通过离子与靶材的碰撞转换成热能,在 一定温度下,固体中的点缺陷可自由进行热迁移,样品表面 原子塑性流动能力也增强,所以空位和间隙原子的扩散导致 缺陷复合,此时突起的分布密度变小,表面逐渐趋于平整,表 面粗糙度也会随之呈下降趋势,因此,该7075 铝合金样品的 粗糙度与表面突起分布密度随剂量的增加均呈先增大后减 小的趋势。



2.3 纳米压痕测试结果分析

由于纳米压痕仪器本身的精度以及样品表面的不确定性影响,前50nm的数据存在较大的误差,产生反纳米 压痕尺寸效应(AISE),因此,在进行数据分析时需去除这部分数据。图4对比了辐照前后的硬度随深度的变化, 在50~1200nm内,对数据进行离散化处理,得到所有压痕点的平均值,误差棒为平均值的标准差。在50~1200nm 处所测的硬度随压头压入深度的增加而减小,之后逐渐趋于平稳,这种现象称之为纳米压痕尺寸效应(ISE)。这是 因为随着压入深度的增加,未被辐照的深层区域的材料硬度逐渐被压头感知,从而导致测量硬度下降,最终趋近于 未辐照样的硬度值。

根据压痕尺寸效应理论,纳米压痕作用深度与探针的压入深度之间存在 5~7 倍(与材料相关)的关系,即纳米 压痕所测的硬度反映的是压痕深度 5~7 倍深度内的平均硬度值,这称之为软基体效应^[23]。从图 5 可以发现,对于 未辐照的样品,在 50 nm<*h*<1 200 nm 区域内,*H*-1/*h* 线显示出良好的线性关系,这说明未辐照样品的硬度在这一 区域范围内保持一致,其中,有几个点略微偏离线性直线,这是因为在整个辐照深度内,离位损伤值并不是严格意 义上的绝对均匀。



图 4 辐照剂量不同样品纳米硬度与压入深度的关系





为更准确地反映材料辐照层的硬度,采用Nix-Gao^[24]模型,硬度与压入深度的关系可以表述为

$$H^{2} = H_{0}^{2} \left(1 + \frac{h^{*}}{h} \right)$$
 (2)

式中:*H*为硬度,*h*是压入深度,*H*₀是压入深度无限大时的硬度极限,*h**是依赖于材料和压头形状的特征尺寸长度, 根据曲线的截距可计算出*H*₀的数值如表2所示。

由表2可以看出,与未辐照样品相比,在压痕范围内(50~1200 nm),材料辐照剂量为0.16~7.80 dpa均有不同 程度的硬化,在辐照剂量为0.16 dpa、0.78 dpa、1.60 dpa和7.80 dpa时对应材料硬化率分别为4.9%、6.25%、8.93% 和14.3%。这是因为材料受到载能离子辐照之后,其晶粒内部会产生大量的缺陷,通常当位错滑移遇到缺陷时,缺 陷会起到钉扎(pinning)作用并阻碍位错的继续滑移,从而导致了辐照硬化的产生^[25]。

表 2 Nix-Gao 模型计算的不同辐照剂量下样品硬度值

Table 2 Nix-GAO model calculated hardness value of the sample irradiated at different irradiation doses			
irradiation damage/dpa	H ₀ /GPa	ΔH_0 /GPa	hardening ratio η /%
unirradiated	2.24	—	—
0.16	2.35	0.11	4.90
0.78	2.38	0.14	6.25
1.60	2.44	0.20	8.93
7.80	2.56	0.32	14.3

$$\dot{\Xi}: \Delta H_0 = H_0^{\text{irr}} - H_0^{\text{unirr}}, \quad \eta = \frac{\Delta H_0}{H_0^{\text{iunirr}}} \times 100\%$$

对不同辐照损伤程度下纳米硬度 H₀ 与辐照损伤量 I_d 进行幂函数拟合

$$H_0 = aI_d^b$$

式中: a 为拟合参数,表示统一辐照损伤量下的硬化程度, b 为拟合函数的幂指数,图 6 中 a~2.424 5, b~0.022, 拟合曲线 表面随辐照损伤的增加,纳米硬度增加,但最终趋于饱和。 这是因为辐照缺陷的密度与辐照剂量的高低有密切的关系, 当辐照剂量较低时缺陷密度与辐照剂量基本呈线性关系,当 剂量达到一定量时,缺陷密度趋向饱和,随剂量继续增加,缺 陷演变为以空洞形式存在^[26]。这种随辐照剂量增加,硬度逐 渐趋于饱和的趋势与其他材料的辐照硬化实验结果相一 致^[27-30]。



Fig. 6 Relationship between 7075 aluminum alloy hardened H₀ and irradiation damage before and after ion irradiation
 图 6 离子辐照前后 7075 铝合金硬化 H₀ 与辐照损伤的关系

3 结 论

为更加全面详细的探究重离子对 7075 铝合金的辐照损伤,本文中,采用不同剂量 3 MeV 的 Fe^{III}离子辐照 7075 铝合金样品,并通过 XRD、AFM 和纳米压痕方法对样品辐照前后的微观结构、表面粗糙度和硬度进行了观测,发现辐照前后的 7075 铝合金 XRD 图谱未出现新峰,表明 7075 铝合金有一定的抗辐照性。对表面粗糙度进行测试,发现离子辐照后,样品表面出现山峰状突起,且随剂量增加,突起分布密度先增大后减小,样品表面粗糙度 也随剂量先增加后减小。同时由于辐照产生的缺陷阻碍了位错的滑移,导致辐照后样品硬度增加,且硬度随辐照 剂量增加而增加,低剂量辐照时,硬化趋势更为明显,高剂量辐照时,硬度趋于饱和。研究结果可为 7075 铝合金在 航天领域的服役性能改进提供重要的实验数据参考,为保障航天器在复杂空间环境中的安全运行提供一定的评估 依据。

致 谢 感谢中国科学院近代物理研究所 320 kV 低能重离子综合研究平台所有工作人员为本工作提供稳定束流。

参考文献:

- [1] 王惠芬,杨碧琦,刘刚. 航天器结构材料的应用现状与未来展望[J]. 材料导报, 2018, 32(S1): 395-399. (Wang Huifen, Yang Biqi, Liu Gang. Application status and future prospect of materials for spacecraft structures[J]. Materials Review, 2018, 32(S1): 395-399.)
- [2] Rioja R J, Liu J. The evolution of Al-Li base products for aerospace and space applications [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2012, 43(9): 3325-3337.
- [3] Yeganefar A, Niknam S A, Songmene V. Machinability study of aircraft series aluminium alloys 7075-T6 and 7050-T7451[J]. Transactions of the Canadian Society for Mechanical Engineering, 2020, 44(3): 427-439.
- [4] Hu Yuting, Li Shuncai, Yu Qiu, et al. Investigation of tensile and compressive mechanical properties of typical aerospace alloy materials [J]. Transactions of the Canadian Society for Mechanical Engineering, 2021, 45(4): 612-625.
- [5] Sivaraman P, Prabhu M K, Nithyanandhan T, et al. Development of aluminum based AA 2014 and AA 7075 dissimilar metals for aerospace applications[J]. Materials Today: Proceedings, 2021, 37: 522-526.
- [6] Ramkumar K R, Sivasankaran S, Al-Mufadi F A, et al. Investigations on microstructure, mechanical, and tribological behaviour of AA 7075-xwt.% TiC composites for aerospace applications[J]. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2019, 19(2): 428-438.
- [7] Ma Kaka, Wen Haiming, Hu Tao, et al. Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy[J]. Acta Materialia, 2014, 62: 141-155.
- [8] 王长河. 单粒子效应对卫星空间运行可靠性影响[J]. 半导体情报, 1998, 35(1): 1-8. (Wang Changhe. The influence with reliability of motional satellite by the single-event phenomena[J]. Semiconductor Intelligence, 1998, 35(1): 1-8.)
- [9] Oksengendler B L, Maksimov S E, Turaeva N N, et al. Synergetic theory of catastrophic failures in the problem of radiation stability of solid-state electronics materials [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2014, 326: 45-47.
- [10] 王佩. 单粒子效应电路模拟方法研究[D]. 成都: 电子科技大学, 2010: 12. (Wang Pei. Research on simulation methods of single-particle effect circuits[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2010: 12.)
- [11] Ni Kai, Ma Qian, Wan Hao, et al. Effect of He⁺ fluence on surface morphology and ion-irradiation induced defect evolution in 7075 aluminum alloys[J]. Materials Research Express, 2018, 5: 026514.
- [12] Serventi A M, Antisari M V, Guzman L, et al. Microstructure and mechanical properties of a N⁺ implanted Al alloy[J]. Philosophical Magazine B, 1997,

76(4): 549-557.

- [13] Soria S R, Tolley A J, Sánchez E A. Defects induced by helium ion irradiation in aluminum alloys [J]. Procedia Materials Science, 2015, 8: 486-493.
- [14] Wan Hao, Si Naichao, Wang Quan, et al. Morphology variation, composition alteration and microstructure changes in ion-irradiated 1060 aluminum alloy[J]. Materials Research Express, 2018, 5: 026501.
- [15] Do S C, Kim K W, Jeong J H. The variation of hydrophobicity of aluminum alloy by nitrogen and argon ion implantation [J]. Heat and Mass Transfer, 2015, 51(4): 487-495.
- [16] Soria S R, Tolley A, Sánchez E A. The influence of microstructure on blistering and bubble formation by He ion irradiation in Al alloys [J]. Journal of Nuclear Materials, 2015, 467: 357-367.
- [17] 史全岐, 张江, 乐超, 等. 地月空间粒子辐射环境及其对月表物质的影响研究进展[J]. 地球物理学报, 2023, 66(7): 2685-2702. (Shi Quanqi, Zhang Jiang, Le Chao, et al. Review of particle radiation environment of the Earth-Moon space and its impact on Lunar surficial material generation[J]. Chinese Journal of Geophysics, 2023, 66(7): 2685-2702.)
- [18] 方美华. 深空辐射粒子在介质材料中的输运及损伤研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2011. (Fang Meihua. Study on deep space radiation transport and radiation damage in materials[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2011.)
- [19] Ziegler J F, Ziegler M D, Biersack J P. SRIM The stopping and range of ions in matter (2010)[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2010, 268(11/12): 1818-1823.
- [20] Egeland G W, Valdez J A, Maloy S A, et al. Heavy-ion irradiation defect accumulation in ZrN characterized by TEM, GIXRD, nanoindentation, and helium desorption[J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 435(1/3): 77-87.
- [21] Hapsari S, Sujitno T, Ahmadi H, et al. Analysis of nitrogen ion implantation on the corrosion resistance and mechanical properties of aluminum alloy 7075[J]. Journal of Physics: Conference Series, 2020, 1436: 012075.
- [22] 张小楠. Fe、Ni 基金属玻璃的离子辐照损伤研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2019. (Zhang Xiaonan. Ion irradiation damage study of Fe and Ni-based metallic glass[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2019.)
- [23] Kasada R, Takayama Y, Yabuuchi K, et al. A new approach to evaluate irradiation hardening of ion-irradiated ferritic alloys by Nano-indentation techniques[J]. Fusion Engineering and Design, 2011, 86(9/11): 2658-2661.
- [24] Nix W D, Gao Huajian. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity [J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1998, 46(3): 411-425.
- [25] 闫占峰, 郑健, 周韦, 等. 6061-Al 合金的自离子辐照损伤效应[J]. 强激光与粒子束, 2022, 34: 056008. (Yan Zhanfeng, Zheng Jian, Zhou Wei, et al. The selfion irradiation effects in 6061-Al alloy[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2022, 34: 056008.)
- [26] 郁金南. 材料辐照效应[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 239-241. (Yu Jinnan. Material irradiation effect[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007: 239-241.)
- [27] Osetsky Y N, Bacon D J, Serra A, et al. Stability and mobility of defect clusters and dislocation loops in metals[J]. Journal of Nuclear Materials, 2000, 276(1/3): 65-77.
- [28] Osetsky Y N, Bacon D J. Atomic-scale modelling of primary damage and properties of radiation defects in metals[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2003, 202: 31-43.
- [29] 范嘉琪,杨义涛,丁兆楠,等.两种国产低活化的铁素体/马氏体钢的 He 离子辐照硬化研究[J].原子核物理评论, 2017, 34(2): 219-225. (Fan Jiaqi, Yang Yitao, Ding Zhaonan, et al. Helium-implantation induced hardening of two low-activation ferritic/martensitic steels of China[J]. Nuclear Physics Review, 2017, 34(2): 219-225.)
- [30] 丁兆楠,杨义涛,宋银,等. 高能重离子辐照的低活化钢硬化效应[J]. 物理学报, 2017, 66: 112501. (Ding Zhaonan, Yang Yitao, Song Yin, et al. Hardening of reduced activation ferritic/martensitic steels under the irradiation of high-energy heavy-ion[J]. Acta Physica Sinica, 2017, 66: 112501.)