

05.3

© 1990

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПАДА ТВЕРДОГО РАСТВОРА В СПЛАВЕ НИКЕЛЬ-СЕРА МЕТОДАМИ ОСТАТОЧНОГО ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ И СПЕКТРОМЕТРИИ АННИГИЛЯЦИОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

В.Л. А р б у з о в, С.Е. Д а н и л о в,
А.П. Д р у ж к о в, С.М. К л о ц м а н

В работе [1] теоретически показано, что позитроны в бинарных сплавах могут преимущественно аннигилировать с электронами одного из типов атомов по сравнению с другими. Если атомы, к которым имеется относительное сродство позитронов, образуют кластеры, то возможен захват позитронов кластерами. Например, в работе [2] было показано, что в концентрированных сплавах $Al - Zn$ образованные в процессе старения кластеры атомов цинка размером 5 \AA и более захватывают позитроны.

В настоящей работе обнаружено, что распад твердого раствора $Ni - 60 \text{ ppm S}$ приводит к изменению параметров кривых угловой корреляции аннигиляционного излучения (УКАИ) по сравнению с закаленным твердым раствором.

Сплав $Ni - S$ приготавливался методом диффузионного легирования никеля высокой чистоты ($RRR \approx 1000$), содержание серы определялось радиометрическим и резистометрическим методами [3] и составляло около 60 ат. ppm.

На рис. 1 показана зависимость разности остаточных электро-сопротивлений сплава и чистого никеля ($\rho - \rho_{\text{чист}}$) от температуры изохронного отжига. Отжиг проводился ступенями по 20 К в течение 20 мин, после каждого отжига образцы закаливались в газообразном холодном гелии (80 К/с). Разность ($\rho - \rho_{\text{чист}}$) определяет вклад атомов серы в твердом растворе. Светлые кружки соответствуют изохронному отжигу сплава вверх по температуре после закалки от 873 К. Предварительные эксперименты показали, что при этой температуре вся сера в нашем сплаве находится в твердом растворе. В настоящее время отсутствуют точные данные о растворимости серы в никеле ниже 800–900 °С. Известно только лишь то, что растворимость серы в никеле мала [3]. Из рис. 1 видно, что при 630 К происходит резкое уменьшение величины ($\rho - \rho_{\text{чист}}$), а затем с ростом температуры отжига эта величина возрастает и достигает исходного значения при 873 К. При изохронных отжигах вниз по температуре (темные кружки) на интервале 873–670 К обе кривые довольно близки, а при температуре отжига ниже 650 К ($\rho - \rho_{\text{чист}}$) выходят на плато, т.е. распад твердого раствора прекращается и часть серы находится в твердом растворе.

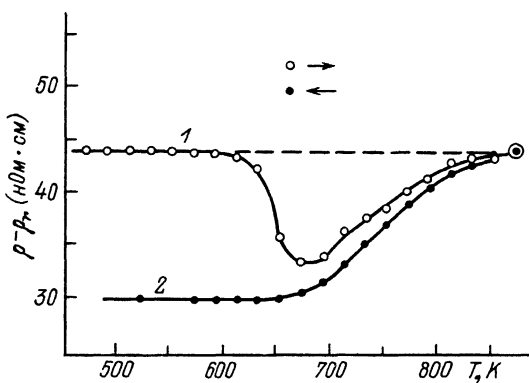


Рис. 1. Вклад от серы в сплаве $Ni-S$ в зависимости от температуры изохронного отжига вверх (1) и вниз (2).

Полученные экспериментальные результаты по УКАИ для чистого никеля и сплава в зависимости от термообработки представлены в таблице и на рис. 2. Кривые УКАИ аппроксимировались параболой и гауссианой. Для металлов параболическая составляющая характеризует аннигиляцию позитронов с почти свободными электронами, гауссовская – с электронами ионного остова [4].

S и W – параметры определялись как отношение скоростей счета совпадений в интервале углов 0–3,5 мрад и 8–13 мрад к скорости счета совпадений под всей кривой УКАИ соответственно. Здесь θ_p – „угол отсечения“ параболы, пропорциональный для чистого никеля плотности почти свободных электронов [4], θ_g – стандартное отклонение гауссианы, F – относительная вероятность аннигиляции позитронов с почти свободными электронами, равная отношению площади под параболой к общей площади под кривой УКАИ.

Т а б л и ц а

Параметры УКАИ для никеля и сплава никель-сера

Состояние образца	S (отн.ед.) ± 0.001	W (отн.ед.) ± 0.001	θ_p (мрад) ± 0.02	θ_g (мрад) ± 0.01	F (отн.) ± 0.002
Ni чистый	0.520	0.150	5.71	6.39	0.148
$Ni-S$, закалка в воду	0.519	0.148	5.80	6.29	0.144
$Ni-S$, старение	0.540	0.128	6.42	5.99	0.182
$Ni-S$, закалка в гелий	0.523	0.144	6.18	6.35	0.156
$Ni-S$, старение	0.542	0.128	6.50	6.02	0.188

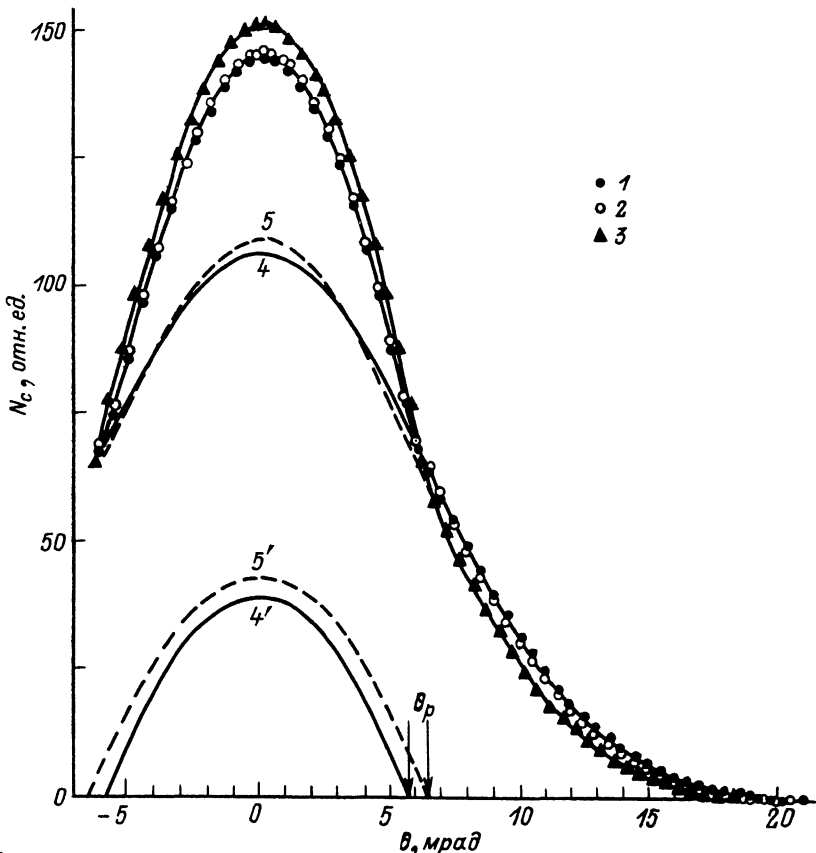


Рис. 2. Кривые угловой корреляции аннигиляционного излучения в никеле и сплаве $Ni-S$. 1 – кривая УКАИ для чистого Ni , 2 – кривая УКАИ для закаленного сплава, 3 – кривая УКАИ для состаренного сплава, 4, 4' – параболическая и гауссовская компоненты УКАИ чистого никеля, 5, 5' – параболическая и гауссовская компоненты УКАИ состаренного сплава.

Из таблицы и рис. 2 видно, что кривая УКАИ для сплава после закалки от 873 К в воду (скорость охлаждения $2 \cdot 10^2$ К/с) по всем параметрам близка к кривой для чистого никеля. Старение сплава при 673 К в течение 2 часов приводит к изменению кривой УКАИ (см. рис. 2): S – параметр возрастает, W – уменьшается, увеличивается площадь под параболической составляющей F и т.д.

Для того чтобы проверить воспроизводимость и обратимость изменения кривой УКАИ в зависимости от термообработки сплава, состаренный образец $Ni-S$ был закален от 873 К в газообразном гелии (скорость охлаждения 40 К/с). Как видно из таблицы, закалка в гелии не приводит к полному восстановлению всех

параметров УКАИ, вероятно, из-за более низкой скорости закалки. Однако параметры УКАИ после второго отжига практически совпадают с параметрами после первого отжига. Повторная закалка в воду и последующий отжиг приводит к тем же результатам, что и в первом случае. Таким образом, быстрой закалкой и старением создаются обратимые и воспроизводимые изменения кривой УКАИ, отражающие изменения в состоянии сплава.

Как видно из таблицы, при старении сплава величина θ_p возрастает на 12%. Из $\theta_p \sim n^{1/3}$ [4], где n — плотность свободных электронов, следует, что в состаренном сплаве n возрастает в 1.4 раза. Ясно, что распад сплава не может привести к такому существенному увеличению средней электронной плотности. Естественно предположить, что в состаренном сплаве $Ni-S$ возникают центры захвата позитронов. Аннигиляция позитронов в этих центрах и приводит к изменению параметров УКАИ. Очевидно, что появление центров захвата позитронов связано с распадом сплава и образованием выделений серы. Можно предполагать, что такие выделения представляют собой либо кластеры серы, либо более сложные кластеры, состоящие из атомов серы и связанных с ними вакансий. В последнем случае необходима большая энергия связи атомов серы с вакансиями, значения которой в настоящее время неизвестно.

Из представленных результатов можно заключить, что метод аннигиляции позитронов является перспективным методом исследования начальных этапов распада твердого раствора даже при малой концентрации примесных атомов.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Stott M.J., Kubisa P. // Phys. Rev. B. 1975. V. 11. N 1. P. 1-10.
- [2] Bhargathi A., Chakraborty B. // J. Phys. F. 1988. V. 18. N 3. P. 363-375.
- [3] Арбузов В.Л., Владимиров А.Б., Данилов С.Е., Клоцман С.М., Трахтенберг И.Ш. // ФММ. 1980. Т. 49. В. 2. С. 356-362.
- [4] Dlubek G., Rechner W., Bruemmer O. // Exp. Techn. Phys. 1977. V. 25. N 4. P. 289-297.

Поступило в Редакцию
7 ноября 1989 г.

В окончательной редакции
10 апреля 1990 г.