

УДК 539.21; 539.12.04

К.М.МУКАШЕВ, Б.А.ТРОНИН

## ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДА ПОЗИТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ ДЕФОРМАЦИОННОГО ХАРАКТЕРА

(Представлена академиком НАН РК Такибаевым Н.Ж.)

Изложены принципы построения позитронного спектрометра по схеме линейно-щелевой геометрии. В качестве источника позитронов использовался изотоп  $Na - 22$  активностью  $Q = 3,7 \cdot 10^8$  Бк. Угловое разрешение установки 1,0 мрад. Статистическая точность в максимуме спектра угловой корреляции не хуже 0,5%. Выполнены экспериментальные исследования сплавов системы  $Ti - V$  в исходном и деформированном состояниях. Исходное состояние достигнуто отжигом при температуре  $900^\circ C$  в течение 1 часа. Пластическая деформация осуществлялась прокаткой до  $\varepsilon = 80\%$ . Позитронные исследования совместно с рентгеноструктурным анализом выявили образование в сплавах  $Ti$  дефектов упаковки раздельно по базисной и призматической плоскостям.

**Введение.** Проблеме исследования свойств твердых тел, природы образующихся структурных дефектов и изучению поведения последних в различных условиях и внешних воздействиях посвящено значительное количество работ в области физики последних десятилетий. При этом для установления истинной картины физического процесса широко привлекаются как традиционные (химические, калориметрические, оптические, измерение электросопротивления), так и новейшие экспериментальные методы исследований (электронная и автоионная микроскопия, вторичноионная масс-спектрометрия, рентгеновская дифракция и др.). Однако экспериментальные результаты, полученные этими методами, не всегда являются полными и однозначными. Поэтому наряду с этим привлекаются и теоретические расчеты, посредством которых исследователи пытаются проанализировать наблюдаемые явления на атомно-молекулярном уровне, что позволило бы расширить наше понимание механизма образования структурных нарушений и их взаимодействия между собой и атомами легирующих компонентов.

К сожалению, в большинстве случаев с использованием указанных методов можно получить в основном интегральные характеристики изучаемого процесса и прогресс в этом направ-

лении тормозится чаще всего недостаточностью, а иногда скучностью глубины и широты нашего понимания механизма изучаемого явления и взаимодействия внутренних процессов с внешним воздействием. Именно поэтому работы, посвященные повышению эффективности и информативности экспериментальных методов, всегда встречаются исследователями с неподдельным интересом и пониманием. Однако практически не существует методов, допускающих извлечение информации о структурных превращениях и дефектах размером единиц ангстрем из-за присущих всем этим методам ограничений. Например, просвечивающей электронной микроскопии доступны кластеры размером нескольких десятков ангстрем. Автоионная микроскопия позволяет анализировать только поверхностные слои образцов отдельных тугоплавких металлов специфической формы. Вместе с тем, для получения более полной картины о природе и поведении дефектов в исследуемых материалах нужна информация о локальных характеристиках электронов, в частности, о плотности и импульсном распределении последних. Наиболее перспективным в плане избирательности и получившим широкое признание исследователей, является метод электронно-позитронной аннигиляции (ЭПА), позволяющий глубже и всесторонне изу-

чить и понять физические явления, как с точки зрения единичных точечных дефектов, так и связанных состояний «атом примеси–вакансия» без разрушения исследуемого материала.

Целью настоящей работы является изучение дефектной структуры некоторых перспективных сплавов на основе титана с привлечением метода позитронной спектроскопии.

**Сущность метода.** Эмитированный источником позитрон, обладающий определенной исходной энергией, проникая в исследуемое вещество на определенную глубину, испытывает многочисленные столкновения с атомами среды и, как следствие, он постепенно и полностью теряет свою скорость. В конце пути позитрон приобретает энергию, определяемую абсолютной температурой  $T$  среды

$$E_0 = kT,$$

где  $k$  – постоянная Больцмана. Данный процесс носит название термализации. При температуре  $T = 300 \text{ K}$  тепловая энергия позитрона составляет  $E_0 = 0,025 \text{ эВ}$ . Процесс термализации происходит за время  $B = 3 \cdot 10^{-12} \text{ с}$ , тогда как время его жизни в веществе может колебаться в интервале  $10^{-7} - 10^{-7} \text{ с}$ . Именно это обстоятельство позволяет использовать позитрон в качестве зонда для неразрушающего контроля структуры твердых тел.

Возникает вопрос, как ведет себя позитрон в конденсированной среде после термализации? Естественно предположить, что, как и любая другая свободная частица, позитрон будет диффундировать в межатомном пространстве среды. Диффундирующий позитрон может вступить во взаимодействие с фононом, электроном и атомами примеси. Последующая судьба позитрона после термализации определяется взаимной ориентацией спинов электрона и позитрона. Если при вступлении во взаимодействие полуцелые спины электрона и позитрона параллельны, суммарный спин пары равен единице. Такое состояние пары называется ортопозитронием. Распад ортопозитрона сопровождается излучением трех аннигиляционных  $\gamma$ -фотонов, разлетающихся под углом  $120^\circ$  в пространстве. При антипараллельных спинах суммарный спин пары равен нулю. Такое состояние связанной пары называется парапозитронием. Распад парапозитрона сопровождается излучением двух аннигиляционных

$\gamma$ -квантов, разлетающихся в пространстве под углом  $180^\circ$ . Именно в этих условиях соблюдается сохранение закона импульса аннигилирующей пары. В металлической среде в основном наблюдается второй случай, причем если суммарный импульс пары отличен от нуля, то  $\gamma$ -кванты разлетаются на углы  $\varphi < 180^\circ$ . Разность  $\theta = 180^\circ - \varphi$  как раз и определяется суммарным импульсом пары. Изучая угловые распределения интенсивности аннигиляционных фотонов, можно получить сведения об импульсном распределении электронов вещества. Последние адекватно связаны с электронной структурой, следовательно, с кристаллической структурой среды.

Структура среды никогда не бывает идеальной. Она может быть нарушена дефектами, примесями посторонних атомов и фазовыми превращениями, вызванными внешними факторами. Одним из таких факторов является пластическая деформация. Не секрет, что успехи современной техники и технологии тесно связаны с достижениями науки о металлах, которые прежде чем принять заданную форму и свойства, обычно подвергаются пластической деформации. Процесс деформации является не только эффективным методом придания материалу требуемой формы, но и важнейшим средством изменения его структуры, следовательно, и свойств вещества. Пластическую деформацию можно осуществить путем изгиба, кручения, растяжения, сжатия, среза и прокатывания материала. Независимо от способа осуществления деформации, природа возникающих структурных дефектов определяется механизмом пластической деформации. Хотя эта проблема давно привлекает внимание исследователей, только во второй половине прошлого века стало известно, что основные свойства деформируемого металла можно объяснить на основе теории дефектов, прежде всего теории дислокации [1]. Вопросы изучения дефектной структуры некоторых сплавов на основе титана, подвергнутых пластической деформации, методом позитронной спектроскопии путем измерения угловых распределений аннигиляционных  $\gamma$ -квантов, является задачей данной работы.

**Объекты исследований.** Несмотря на достаточно давнее открытие (1789 г.), титан можно отнести к классу новых и перспективных материалов вследствие разработки одним из пос-

ледних способа получения его в чистом виде путем разложения иодида титана. Отсюда получило название металла – иодидный титан. Он может существовать в двух аллотропических модификациях. Низкотемпературный-  $\alpha$ -*Ti* имеет гексагональную плотно упакованную (ГПУ) структуру. Чистый титан при температуре выше 882°C претерпевает полиморфное превращение из ГПУ – структуры в объемно-центрированную кубическую (ОЦК) структуру-( $\gamma$  - *Ti*). Выбор этого материала для исследования связан тем, что *Ti* является наиболее устойчивым в невероятно сложных условиях. Так, самым тяжелым испытанием для любых материалов является пребывание в условиях криогенной температуры. Установлено, что *Ti* и его сплавы длительное время свободно, без видимых напряжений могут работать при температуре жидкого водорода (-253°C), которая оказывается критической для большинства металлов. Другой крайностью для конструкционных материалов может оказаться глубокий космической вакуум, в котором многие металлы закипают и даже испытывают поверхностное испарение. И здесь среди чистых металлов наиболее устойчивым оказался титан. В этом плане наша страна в мировом экономическом пространстве может занять достойное место, благодаря существованию такой мощной производственной базы, как Усть-Каменогорский титано-магниевый комбинат.

**Методика эксперимента.** Одним из перспективных в экспериментах с позитронами является метод угловой корреляции аннигиляционных фотонов. В этом случае осуществляется измерение интенсивности аннигиляционных  $\gamma$ -квантов в зависимости от угла разлета фотонов. Для этого полагают один из фотонов распространяющимся без отклонения, а второй – в пределах определенного угла в зависимости от величины суммарного импульса пары. Тогда полное угловое распределение второго фотона укладывается в пределах  $1^0$  телесного угла. Для точного воспроизведения всех деталей спектра необходимо иметь установку с угловым разрешением не хуже 1 мрад. Для первых типов спектрометров были характерны широкие щели при коротких расстояниях между детекторами. Такая геометрия спектрометра была вынужденной в

связи с необходимостью повышения статистической точности при небольших размерах детекторов. Но ухудшение углового разрешения ведет к уширению спектра при высоком уровне фона случайных совпадений. Кроме того, форма спектра становится зависимой от координаты точки аннигиляции электрон-позитронной пары в образце. Поэтому для устранения «предела видимости» за счет пространственного угла *образец-детектор*, последние размещаются от центра установки на достаточно большом расстоянии при одновременном сужении ширины щели перед детектором. При этом очень важно добиться однородности температуры тела образца, исключения аннигиляции позитронов в окружающих образец предметах, минимального поглощения аннигиляционных фотонов в материале образца, достаточную степень биологической защиты и минимального изменения геометрии в ходе нагрева и охлаждения.

Исходя из приведенного анализа, опираясь на опыт ведущих отечественных и зарубежных исследователей, была создана установка для измерения угловых распределений аннигиляционного излучения, отвечающая соответствующим требованиям в смысле высокой стабильности и точности параметров, минимальной затраты времени на получение единицы информации, достаточно широкий диапазон методических и экспериментальных возможностей, высокую степень автоматизации по схеме линейно-щелевой геометрии (рисунок 1). Последнее означает, что длина регистрирующего аннигиляционные фотонов детекторов (*l*) должна быть много больше его ширины ( $\delta$ ), но существенно меньше расстояния (*L*) от источника позитронов с образцом до детектора. Тогда для граничного импульса  $P_0$  (для металлов – это импульс Ферми) в пределе имеем следующее соотношение

$$P_0 / (2m_0 c) \ll L/2,$$

где  $m_0$  – масса покоя электрона;  $c$  – скорость света.

В этих условиях спектр углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) может быть выражен через:

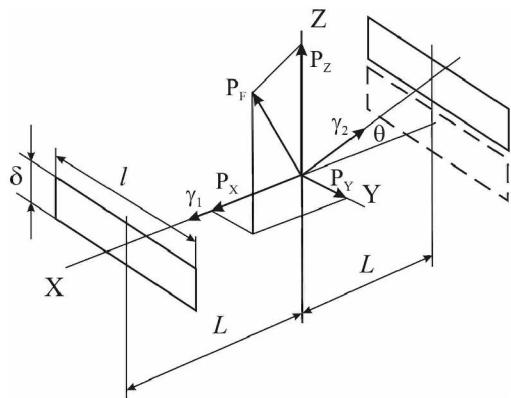


Рис. 1. Схема линейно-щелевой геометрии с разложением импульса  $\epsilon$ - $\epsilon^+$ -пары на компоненты

$$N(\theta) = A \int_0^\infty \rho(p) p dP$$

При покоящемся позитроне импульс аннигиляционных фотонов определяется импульсом электрона. Измерение спектра УРАФ сводится к регистрации интенсивностей совпадающих аннигиляционных фотонов в зависимости от угла перемещения подвижного детектора при неподвижном другом. Форма распределения зависит от материала, его природы и состояния. В общем случае она может быть представлена суммой двух компонент – параболической и функцией Гаусса:

$$N(\theta) = N_p(\theta)(\theta_F^2 - \theta^2)f(\theta) + N_g(\theta)\exp\left(-\frac{\theta^2}{\theta_g^2}\right) + N_0, \quad (1)$$

где  $\theta_g$  – постоянная гауссианы, которая определяет глубину проникновения волновых функций позитрона в ионный остаток атома;  $\theta_F$  – предельный угол в спектре параболической компоненты, соответствующий импульсу Ферми

$$P_F = m_0 c \theta_F$$

Нормирующий множитель

$$f(\theta) = 1 \quad \text{при} \quad |\theta| \leq |\theta_F| \\ 0 \quad \text{при} \quad |\theta| > |\theta_F|$$

Постоянные множители  $N_p$ ,  $N_g$  и  $N_0$  определяют, соответственно, интенсивности параболической, гауссовой составляющих при  $\theta = 0$  и уровень фона случайных совпадений. В уравнении (1) первый член определяет параболическую составляющую, а второй – гауссову слагаемую.

Причем параболическая составляющая является ответственной за аннигиляцию позитронов со свободными электронами, а гауссова – со связанными электронами. Для примера на рисунке 2 представлен экспериментально измеренный спектр УРАФ в одну сторону от центра.

Площади под каждой составляющей ( $S_p$ ,  $S_g$ ) обычно определяют путем интегрирования. Зная значение площади под суммарной кривой  $S_0$ , можно вычислить вероятности аннигиляции позитронов со свободными электронами и электронами ионного остатка, соответственно:

$$W_p = S_p / S_0; \quad W_g = S_g / S_0$$

Присутствие в структуре металла дефектов различной конфигурации приводит к изменению плотности импульсного распределения свободных электронов и, как следствие, происходит перераспределение вероятности аннигиляции позитронов между электронами проводимости и ионного остатка, которое может быть оценено следующим соотношением:

$$F = W_p / W_g = S_p / S_g.$$

Данный процесс сопровождается изменением формы спектра. Для сравнения спектры УРАФ для бездефектного материала и материала со структурными нарушениями путем нормирования приводятся к единой площади и изображаются на одной координатной оси (рисунок 3). В силу специфики явления электронно-позитронной аннигиляции, из экспериментальных спектров нельзя получить готовых, однозначных ответов на вопрос о свойствах и структуре изучаемого объекта. Эти данные извлекаются в резуль-

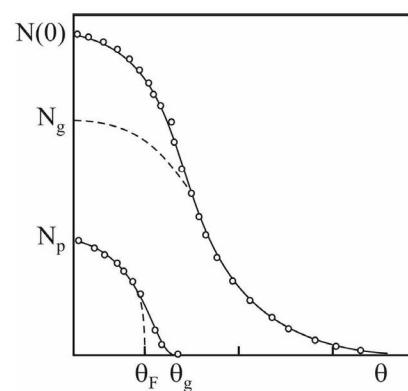


Рис. 2. Разложение спектра угловой корреляции на компоненты

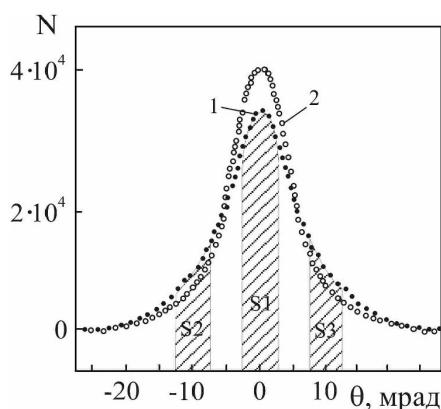


Рис. 3. Нормированные к единой площади экспериментальные спектры УРАФ отожженного (1) и деформированного (2) титана

тате последующей расшифровки спектра с установлением действительной «судьбы» позитрона в веществе. Само по себе процесс извлечения указанных параметров представляет сложную и трудоемкую задачу. Поэтому все вопросы получения данных измерения, разложения и расшифровки спектров необходимо полностью автоматизировать, используя современные достижения электроники и специально разработанные для этой цели программные средства.

**Обсуждение экспериментальных результатов.** Среди всех других направлений, исследование взаимодействия позитронов с дефектами упаковки, возникающими в результате пластической деформации, представляет определенный интерес в связи с необходимостью изучения факторов, предопределяющих физико-механическое поведение металлов и сплавов в различных условиях. Следует отметить то, что к настоящему времени собран огромный экспериментальный материал относительно взаимодействия позитронов с дефектами типа вакансии, дислокации, вакансационные скопления и микропор [2]. С этой точки зрения наименее изученными являются дефекты упаковки, причем некоторые авторы [3] склонны сомневаться в возможности захвата позитронов дефектами этого класса. Поэтому постановка специальных экспериментов, направленных на обнаружение последних более прецизионными методами и сравнение результатов этих исследований с данными позитронной диагностики, является задачей особой важности. Тем самым можно будет подтвердить или опровергнуть возможность захвата позит-

ронов дефектами упаковки. Это тем более важно, поскольку дефекты упаковки с точки зрения электронной структуры мало чем должны отличаться от других типов структурных нарушений и, следовательно, позитронные исследования могут принести новые информации об этих дефектах кристаллической структуры. Но чтобы с наибольшей вероятностью обеспечить образование дефектов упаковки в результате пластической деформации, соответствующим образом должны быть выбраны изучаемые сплавы на основе титана. При этом выбор легирующего элемента основывается на следующих критериях: технологическая доступность сплавления элементов, минимальная энергия дефектов упаковки, максимальная разность валентностей атомов (чем больше разность, тем ниже энергия образования дефектов упаковки у сплава) и склонность сплава к образованию дефектов упаковки. Для этого легирующие элементы должны образовывать непрерывный ряд твердых растворов с титаном без эвтектики и перитектики в изучаемой области концентрации второго компонента с последовательным снижением температуры полиморфного превращения, т.е. легирующий элемент должен быть b – стабилизатором.

Дефекты упаковки – это объемное образование. Тем не менее, за этим не следует изменения ни числа ближайших соседей каждого атома в кристаллической структуре, ни расстояния между ними, а так же взаимодействия электронов проводимости с ионным остовом, вызывающим рассеяние электронов проводимости. Именно эти обстоятельства обусловливают соответствующие методы исследования дефектов упаковки. Универсальными для исследования дефектов упаковки являются электронно-микроскопические и рентгенографические методы [4,5]. Задачей данного исследования является изучение дефектов упаковки путем сопоставления результатов рентгеноструктурного анализа с данными позитронной аннигиляции. Исходя из этих соображений, в качестве легирующего элемента был выбран ванадий, расположенный под номером 23 в V-группе периодической системы. Энергия образования дефектов упаковки ванадия  $n = 0,1$  Дж/м<sup>2</sup>, т.е. в пять раз больше, чем у Ti, но значительно меньше, чем у других металлов переходной группы и по отношению к нему является b - стабилизирующим элементом замещения с атом-

ным диаметром 2,72 Е, атомным весом 50,95, плотностью  $r = 6,1 \text{ г}/\text{см}^3$  и температурой плавления 1900°C. Ванадий имеет ОЦК - структуру с периодом решетки  $a = 3,039 \text{ Е}$ , разность между атомными размерами относительно титана – 7,5%. Электронная структура ванадия изображается диаграммой  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^3 4s^2$ , т.е. он является представителем переходных металлов с незаполненной d-электронной структурой. При сплавлении ванадий с Ti образует непрерывный ряд твердых растворов в b - Ti. Форма диаграммы состояния Ti-V сильно зависит от того, каким методом (иодидный, гидридно-кальциевый или магниетермический) получен титан. Растворимость V в а - Ti при 650°C по одним данным не превышает 3,5 вес.%, а по другим - 1,2 вес.%. Легирование ванадием приводит к уменьшению периода кристаллической решетки Ti, поэтому отношение осей  $c/a$  с увеличением содержание V в сплаве последовательно уменьшается. В данном случае для приготовления сплавов был использован иодидный титан. Сплавы с весовым содержанием ванадия в количестве 0; 0,5; 1,5; 2,0; 4,0 и 5,8 ат.% были выплавлены в атмосфере инертного газа-аргона во избежание их корродирования. Исходное состояние сплавов достигалось в результате отжига в вакууме  $10^{-5}\text{Па}$  при 900°C в течение 1 часа. Пластическая деформация осуществлялась прокаткой на  $e = 80 \%$  при комнатной температуре. В качестве источника позитронов был использован изотоп Na-22 активностью около 10 мКи.

Как известно [6], в ГПУ - металлах расщепление полных дислокаций возможно как в плоскости базиса (0001), так и в плоскости призмы (1010) с образованием дефектов упаковки, которые представляют тонкую прослойку ГЦК (или ОЦК) структуры в ГПУ - матрице. В большинстве случаев для определения вероятности образования дефектов упаковки используют метод измерения ширины рентгеновских дифракционных линий [7]. Можно также использовать метод гармонического анализа формы интерференционных линий, но экспериментальное измерение отражений второго порядка, необходимых для этой цели, практически невозможно. Дефекты упаковки определенным образом влияют на рентгеновские дифракционные линии. Различные виды дефектов упаковки могут вызывать уши-

рение (сужение) вполне определенных максимумов. Именно это обстоятельство было положено в основу рентгеноструктурного метода определения вероятности образования дефектов упаковки. В свое время в работе [7] было выполнены расчеты вероятности дефектов упаковки для базисной плоскости (0001) ГПУ металлов. Позже Шишмаков и др. [8], усовершенствовав эти методы расчета, определили вероятность дефектов упаковки как на базисной, так и призматической плоскостях чистых металлов Cr, Zr, Be и а-Ti с различным содержанием Al и Sb. Для определения физического уширения дифракционных линий по индексам отражения (НК.L) они вывели следующие соотношения:

для базисной плоскости

$$\beta_{HK,L} = 2G_{(0001)} \cdot d_{HK,L} \alpha_{(0001)} \cdot \operatorname{tg}\theta / \pi a; \quad (2)$$

для призматической плоскости

$$\beta_{HK,L} = 2G_{(10\bar{1}0)} \cdot d_{HK,L} \alpha_{(10\bar{1}0)} \cdot \operatorname{tg}\theta / \pi a, \quad (3)$$

где  $\alpha_{(0001)}$  и  $\alpha_{(10\bar{1}0)}$  – вероятности образования дефектов упаковки на базисной и призматической плоскостях;  $d_{HK,L} = 1/|\vec{H}|$ ;  $|\vec{H}|$  – вектор обратной решетки;  $a$  – период решетки. Применив формулы для определения коэффициентов  $G_{(0001)}$  и  $G_{(1010)}$ , приведенные в [8], оценим вероятность дефектов упаковки раздельно по базисной и призматической плоскостям методом, предложенным в работах [7,8]. Для этой цели на дифрактометре ДРОН-2 были сняты в отфильтрованном CuK $\alpha$ -излучении профили линий (1010), (0002) и (10 $\bar{1}$ 0). Интенсивность записывали по точкам через каждые 2 мин, а в области максимума через 1 мин. при углах  $2q$ . Время экспозиции во всех случаях составляло 100 с. Уширение дифракционной линии, вызванное дефектами упаковки, рассчитывалось по формулам (2) и (3). Результаты расчета вероятности дефектов упаковки на призматической плоскости  $\alpha_{(1010)}$  наряду с аннигиляционными параметрами сведены в таблицу 2.

Видно, что для всех исследованных сплавов пластическая деформация приводит к увеличению параметра  $F$  на 25 - 50% при одновременном уменьшении угла Ферми  $q_F$  на 5-10%. При этом изменения аннигиляционных параметров от состава носит немонотонный характер. Вероятность дефектов упаковки на базисной плоскости как для Ti, так и сплавов практически остается

Таблица 2. Вероятность дефектов упаковки в сплавах Ti-V

Материалы ат. %	Состояние		$F$	DF %	$q_F$ мрад	D $q_F$ %
Ti	отож.	-	0,30	-	6,33	-
	$e=80\%$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	0,44	46	5,83	7,9
Ti-0,5 V	отож.	-	0,28	-	6,36	-
	$e=80\%$	$4,2 \cdot 10^{-3}$	0,42	50	5,75	9,6
Ti-1,5 V	отож.	-	0,29	-	6,40	-
	$e=80\%$	$6,2 \cdot 10^{-3}$	0,39	35	5,83	8,9
Ti-2,0 V	отож.	-	0,23	-	6,40	-
	$e=80\%$	$7,7 \cdot 10^{-3}$	0,34	49	6,00	6,2
Ti-4,6 V	отож.	-	0,24	-	6,42	-
	$e=80\%$	$9,0 \cdot 10^{-3}$	0,35	44	6,08	5,3
Ti-5,8 V	отож.	-	0,28	-	6,29	-
	$e=80\%$	$10,2 \cdot 10^{-3}$	0,35	25	5,79	7,9
Погрешности $\pm$		0,001	0,01	2,0	0,05	0,1

без изменений и равной  $\alpha_{(0001)} = 2 \cdot 10^{-3}$ , тогда как на призматической плоскости (1010) в зависимости от концентрации ванадия в сплаве она монотонно растет от  $4,2 \cdot 10^{-3}$  до  $10,2 \cdot 10^{-3}$ . Таким образом, образование дефектов упаковки в результате пластической деформации в сплавах  $Ti-V$  можно считать установленным фактом и легирование ванадием способствует этому. Правда, между характером изменения аннигиляционных параметров и вероятностью дефектов упаковки имеется определенное несоответствие. Но данное несоответствие является кажущимся на первый взгляд, поскольку за уширение дифракционной линии и изменения аннигиляционных параметров ответственны разные явления, и в первую очередь, это несоответствие обусловлено характером распределения электронной плотности в дефектах и влиянием легирующего элемента, вероятно, образующего атмосферу примесных атомов на дефектах упаковки.

Все это приводит к дополнительному изменению электронной плотности в дефектах. Об этом же свидетельствует относительно низкое значение параметра  $F_V = 0,10$  для ванадия по сравнению с титаном  $F_{Ti} = 0,30$ . Если дефицит электронной плотности обуславливает уменьшение импульса Ферми  $q_F$ , то возникновение примесных атмосфер, вызванных различным электрическим взаимодействием атомов примеси и матрицы с дефектами упаковки приводит к изменению вероятности аннигиляции позитронов с электронами проводимости и ионного остова, что может являться причиной немонотонного изменения ан-

нигиляционных параметров от состава сплавов. Однако связь между ними остается закономерной. Кроме того, некоторое несоответствие в значениях вероятности дефектов упаковки для  $Ti$  между результатами настоящей работы и данными работ [7,8], очевидно, связано как разрешающими возможностями экспериментальной техники, использованной авторами в каждом конкретном случае, так и чистотой изучаемых материалов. Более информативные сведения в исследуемых материалах можно получить путем проведения изохронного отжига [2].

Результаты изохронного отжига деформированных  $Ti, V$  и сплавов  $Ti-V$  представлены на рисунке 4 в виде зависимостей относительного изменения интенсивностей аннигиляционных фотонов от температуры отжига материала. Видно, что все кривые, независимо от состава сплавов, имеют две явно выраженные стадии ухода дефектов. Следует отметить, что начало первой стадии для всех случаев совпадает и находится вблизи  $120^{\circ}C$ , а относительная доля этих стадий как для  $Ti$ , так и для сплавов, содержащих 2,0 и 4,6 %  $V$ , также примерно одинакова. В то же время они завершаются при различных температурах, причем и здесь трудно установить определенную закономерность от концентрации ванадия в сплаве. Если первая стадия для чистого  $Ti$  заканчивается в области  $280-290^{\circ}C$ , то легирование его до 2,0 ат.%  $V$  переносит окончание ее в область  $350^{\circ}C$ ; повышение же содержания до 4,6%, наоборот, приводит к завершению этой стадии в области  $180^{\circ}C$ . Судя по значениям энергии

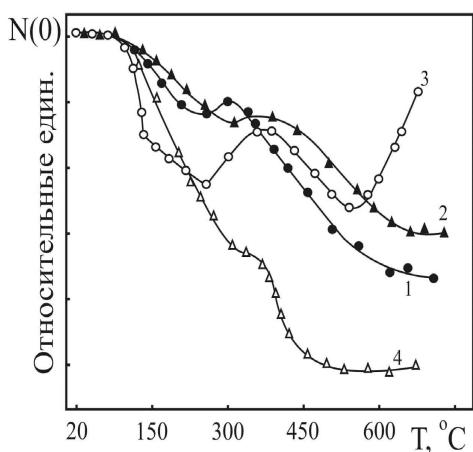


Рис. 4. Концентрационные зависимости кинетики отжига деформированных сплавов титан-ванадий:

1 – Ti; 2 – Ti + 2.0 ат. %V;  
3 – Ti + 4.6 ат.%V; 4 – V

активации миграции дефектов  $E_{\text{al}} = 1,4\text{--}1,5$  эВ, данная стадия, по-видимому, связана с отжигом вакансационных комплексов. Несмотря на то, что все изучаемые материалы были подвергнуты одинаковой степени деформации  $\epsilon = 80\%$ , относительный уровень первой стадии для ванадия имеет существенно большее значение при одинаковом температурном интервале ее проявления, что обусловлено, видимо, меньшей сопротивляемостью ванадия к деформации. Исходя из результатов анализа II-стадии отжига, среди изученных материалов дефекты упаковки наиболее ярко проявляются только в сплаве, содержащем 2,0 ат.% V, которым соответствует интервал температур 350–720°C с  $E_{\text{al}} = 2,35$  эВ. Для всех остальных сплавов данный процесс «затушевывается» возникающими в результате пластической деформации связанными вакансационно-примесными комплексами и образованием атмосферы примесных атомов вокруг дефектов упаковок.

В результате выполненных исследований была установлена высокая чувствительность метода позитронной спектроскопии к дефектам упаковки в сплавах тугоплавких металлов системы Ti-V, что было дополнительно подтверждено рентгеноструктурными исследованиями.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Kirkegaard P.J., Eldrup M. Positronfit Extended: a new version of a programme for analyzing positron lifetime spectra// Compt. Phys. Comun. 1974. Vol. 7, N6. P.401-403.
2. Мұкашев К.М. Физика медленных позитронов и позитронная спектроскопия. А.: КазНПУ им.Абая. 2009. 508 с.
3. Шишимаков А.С., Мирзаев Д.А., Хмелинин Ю.Ф. и др. Дифракция рентгеновских лучей на дефектах упаковки в металлах с ГПУ-решеткой// ФММ. 1974. Т.37, N2. С.313-321.
4. Скороход В.В., Солонин Ю.М. Дефекты упаковки в переходных металлах. К.: Наукова Думка, 1976. 180 с.
5. Кривоглаз М.А. Применение рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов для исследования несовершенств в кристаллах // Металлы, электроны, решетка. Киев: Наукова Думка, 1975. С.355 - 388.
6. Титановые сплавы. М.: Металлургия, 1992. 231 с.
7. Кривоглаз М.А. Дифракционные методы исследования дефектов в кристаллах // ВАНТ, с.ФРП и РМ. 1984. NN 1(29), 2(30). С.3 - 17.
8. Quillan M. Titanium. Bettelworth. 1956. 235 p.

## Резюме

Сызықтық-санлау геометриясы бойынша позитрондық спектрометрді құру принципі баяндады. Позитрон көзі ретінде активтілігі  $Q = 3,7 \cdot 10^6$  болатын  $\text{Na}-22$  изотопы қолданылған. Кондырығының бұрыштық шешу мүмкіншілігі 1,0 мрад. Бұрыштық корреляция спектрінің максимумындағы статистикалық кателік 0,5%.  $\text{Ti}-\text{V}$  корытпалар жүйесінің қалыпты және деформация-дан еткен қүйлері зерттелген. Корытпалардың қалыпты қүйі 1 сағат бойы 900°C-да қүйдіру арқылы жүзеге асырылады. Пластикалық деформация  $\epsilon = 80\%$  мөлшерінде болды. Құрылымдық рентген талдауын қолдана отырып жүргізілген эксперимент нәтижесінде корытпалардың базистік және призмалық жазықтықтарында катпарлы ақаулардың туындаудыны аныкталған.

## Summary

The principles of construction of the positron spectrometer in the scheme of linear-slit geometry. As a source of positrons used isotope Na-22 activity  $Q = 3,7 * 10^6$  Bq. Angular resolution 1.0 mrad installation. Static accuracy at the maximum of the angular correlation of better than 0.5%. Experimental studies of alloys of Ti-V in the initial and deformed states. Initial state is reached by annealing at 900 C for 1 hour. Plastic deformation was carried out by rolling up to  $\epsilon = 80\%$ . Positron studies with X-ray analysis revealed the formation of the alloys Ti stacking faults separately for basal and prismatic planes.

Казахский национальный педагогический университет им. Абая.

г. Алматы

Поступила 11.03.2010 г.