

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДОПЛЕРОВСКОГО УШИРЕНИЯ АННИГИЛЯЦИОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ПОЗИТРОНОВ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЦИНКА

Н.П. Дикий, В.Д. Заболотный, Ю.В. Ляшко, В.И. Боровлев

Институт физики высоких энергий и ядерной физики ННЦ ХФТИ, Харьков, Украина

E-mail: ndikiy@kipt.kharkov.ua

Метод доплеровского уширения аннигиляционных линий использовался для изучения влияния пластической деформации и последующего отжига цинка. Источником позитронов были изотопы ^{65}Zn , полученные в реакции $^{66}\text{Zn}(\gamma, n)^{65}\text{Zn}$ непосредственно в исследуемом образце, что позволило уменьшить фон в окрестности 511 кэВ. Обнаружен минимум отношения одной компоненты, которая связана с аннигиляцией позитронов на электронах проводимости, к другой компоненте, которая вызвана аннигиляцией позитронов на электронах ионного остова. Этот минимум при температуре 100 °С обусловлен образованием пор.

ВВЕДЕНИЕ

Явление распухания и внутренние напряжения в конструкционных металлах и сплавах существенно влияют на работоспособность элементов конструкций в активной зоне ядерных установок [1]. Большая плотность точечных дефектов в металлах и сплавах реализуется путем их деформирования. Уже на начальной стадии деформирования кристаллических твердых тел в них образуются микротрещины и поры [2-4]. Поэтому есть основание предположить, что после больших пластических деформаций вследствие образования пор может происходить распухание в необлученных металлах и сплавах в процессе последующего отжига, приводящего к снятию внутренних напряжений.

Известно, что при небольших скоростях деформации $\dot{\epsilon}' < 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ упрочнение обуславливается также и диффузионным перераспределением точечных дефектов, и микросдвиговой релаксацией локальных напряжений [5].

Для исследований был выбран цинк, физико-механические свойства которого представляют большой практический и теоретический интерес при изучении природы хрупкости, пластичности и сверхпластичности твердых тел. Цель настоящего исследования - выяснить влияние пластической деформации и последующего отжига на аннигиляцию позитронов посредством измерения доплеровского уширения линий.

Аннигиляция позитронов является новым уникальным методом исследования электронной структуры и некоторых физико-химических характеристик вещества [6-8] в дополнение к уже существующим (оптическим, электрическим, магнитным и др.). Обнаружена высокая чувствительность позитронного метода (аннигиляционных характеристик) к электронной и дефектной структурам исследуемых веществ. Поэтому можно говорить о позитронной аннигиляционной спектроскопии как методах исследования электронной структуры, определения структуры, природы и концентраций точечных и протяженных дефектов, изучения нарушенных поверхностных слоев и поверхностных состояний в металлах, сплавах, полупроводниках, ионных кри-

сталлах и других веществах, прочно вошедших в арсенал физики и химии твердого тела.

Движение центра масс аннигилирующей пары относительно лабораторной системы координат обуславливает не только отклонение угла разлета двух γ -квантов при 2 γ -аннигиляции от 180°, но и доплеровское уширение аннигиляционной линии 0,511 МэВ. Использование полупроводниковых детекторов из сверхчистого германия позволило применить данный метод наряду с методом угловой корреляции.

Позитронная аннигиляция интенсивно исследуется в металлах [6-8]. Это связано с тем, что метод позитронной аннигиляции позволяет определять такие важные характеристики металлов, как распределение электронов по импульсам; энергию уровня Ферми ϵ_F , эВ; число свободных электронов Z_c , приходящихся на один атом металла, и их концентрацию n_p , см^{-3} в зоне проводимости. Эти характеристики, как известно, во многом определяют механические, электрические и магнитные свойства металлов. В кристаллической решетке металла не все валентные электроны связаны со своими атомами. Некоторая их часть ($Z_c \geq 1$ на атом) подвижна в объеме металла и образует электронный газ, в который как бы погружен каркас из положительных ионов. Электронный газ, в свою очередь, компенсирует силы электростатического отталкивания между ионами и связывает их в твердое тело (металлическая связь).

Для идеальных и реальных (например, поликристаллических образцов) металлов числа электронов Z_c и их концентрация n_p , несомненно, различаются.

В металлах валентные электроны обычно разделяют на две группы: электроны проводимости (свободные электроны) и электроны, находящиеся на ионных остовах атомов (связанные электроны). Электроны проводимости имеют импульсное распределение:

$$n_e(p) = (\exp \frac{p^2 / 2m - \epsilon_F}{k_B T} + 1)^{-1},$$

где ϵ_F - энергия Ферми; k_B - постоянная Больцмана; T - термодинамическая температура.

Для низких температур импульсное распределение электронов проводимости близко к прямоугольному. Отсюда следует, что спектры доплеровского уширения линий поликристаллических металлов должны иметь параболическую компоненту. Действительно, эта компонента проявляется для всех металлов даже при комнатной температуре.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

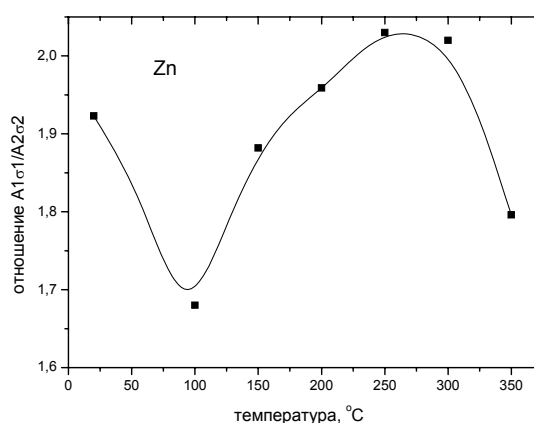
Для измерения доплеровского уширения аннигиляционной линии была использована установка, состоящая из детектора на основе высокочистого Ge ($D=14$ мм, $U=900$ В) с предусилителем, усилителя ORTEK-537, аналого-цифрового преобразователя на 8192 канала и ПК. Энергетическое разрешение по линии ^{137}Cs 661,6 кэВ составило 1,15 кэВ при нагрузке до 10 кГц.

Образцы высокочистого цинка (общее содержание примесей $<0,5$ ppm) толщиной 1 мм и диаметром 22 мм после деформации на 100 % облучались на линейном ускорителе электронов с энергией 34 МэВ и током 6 мкА 1 ч. После радиационного «охлаждения» образец цинка отжигался на воздухе в течение 2 ч. Затем образец охлаждался в печи до комнатной температуры 5 ч. Источником позитронов ($E_{\text{max}}=324$ кэВ) были изотопы ^{65}Zn , полученные в реакции $^{66}\text{Zn}(\gamma, n)^{65}\text{Zn}$ ($T_{1/2}=244,1$ дня). Это позволило существенно уменьшить фон в районе 511 кэВ, вызванный аннигиляцией позитронов на конструкциях установки при использовании внешних источников позитронов. Интенсивность аннигиляционного излучения для ^{65}Zn составляет 2,86 %, оно сопровождается более интенсивным излучением гамма-квантов с энергией 1115,5 кэВ (квантовый выход 50,6 %). Комптоновское рассеяние интенсивной γ -линии с $E_{\gamma}=1115,5$ кэВ обуславливает значительный фон в окрестности 511 кэВ.

С использованием адекватного математического анализа для определения фонового излучения и его последующего вычитания был получен вклад, который соответствовал преимущественной аннигиляции позитронов на валентных электронах и электронах ионного остова соответственно. В нашем случае параболическая зависимость интенсивности энергии γ -квантов, которые обусловлены аннигиляцией позитронов на свободных электронах ($A1 \cdot \sigma1$) описывалась гауссовским распределением, что не приводило к существенным погрешностям определения его относительного вклада. Аннигиляция позитронов на электронах ионного остова ($A2 \cdot \sigma2$) также описывалась гауссовским распределением, но с большим значением дисперсии $\sigma2$, чем для аннигиляции на свободных электронах. Фон от комптоновского рассеяния в окрестности 511 кэВ описывался прямой линией с учетом изменения эффективности регистрации гамма-излучения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Отношение интенсивности первой компоненты аннигиляционного спектра $A1 \cdot \sigma1$ ко второй $A2 \cdot \sigma2$ существенно изменяется от температуры отжига (рисунк).



Отношение интенсивности компоненты, вызванной аннигиляцией позитронов на валентных электронах ($A1 \cdot \sigma1$), к интенсивности компоненты, обусловленной аннигиляцией позитронов на ионном остове ($A2 \cdot \sigma2$) от температуры отжига

В цинке энергетический разброс компоненты излучения, вызванный аннигиляцией на электронах проводимости, составляет 2,11 кэВ, а энергетический разброс компоненты излучения, полученный аннигиляцией на электронах остова, – 5,83 кэВ [9]. Вторая компонента (5,83 кэВ) обусловлена аннигиляцией на более локализованных 3р-электронах [10]. В нашем случае средние значения энергетического разброса компонент спектров составляют 2,30 и 4,92 кэВ для аннигиляции на электронах проводимости и остова соответственно (таблица).

Энергетический разброс различных компонент спектра аннигиляционного излучения в зависимости от температуры отжига цинка

Т отжига, °C	$\sigma1$, кэВ	$\sigma2$, кэВ
20	2,31±0,24	5,00±0,52
100	2,29±0,25	4,98±0,51
150	2,32±0,23	4,94±0,46
200	2,26±0,26	4,80±0,44
250	2,31±0,22	4,92±0,48
300	2,31±0,25	4,87±0,53
350	2,25±0,21	4,93±0,51

При этом отношение интенсивности, вызванной аннигиляцией на электронах проводимости, к интенсивности, обусловленной аннигиляцией на электронах остова, составляет 0,69 [9]. Отношение этих интенсивностей аннигиляционного излучения в нашем случае существенно больше, что получено в результате влияния дефектов в цинке в процессе отжига, которые приводят к увеличению вклада в компоненту спектра с малой дисперсией. Повидимому, это обусловлено протяженными дефектами, границами зерен, порами и т.п.

Предполагается, что минимум отношения интенсивности компоненты, полученной преимущественной аннигиляцией позитронов на электронах проводимости ($A1 \cdot \sigma1$), к интенсивности компоненты, которая обусловлена предпочтительной аннигиляцией позитронов на электронах ионного остова ($A2 \cdot \sigma2$), при температуре 100 °C вызывается образованием пор. Наиболее вероятным механизмом их роста яв-

ляется возникновение вакансий и их миграция из объема зерен в поры [4]. Одной из причин появления и роста пор в поликристаллическом цинке, по видимому, может быть высокая анизотропия его свойств. Так, например, в интервале температур 0...100 °С коэффициент линейного расширения в направлении, параллельном главной оси монокристалла, в 4 раза выше, чем в перпендикулярном [11]. Это может привести к пластическому деформированию зерен поликристаллического цинка с образованием пор и их ростом при повышении температуры отжига.

Уменьшение распухания цинка при температуре выше 80...100 °С, возможно, обусловлено тем, что наряду с процессами, вызвавшими рост пор, начинается процесс их залечивания вследствие роста упругости пара цинка при сублимации [11]. Последующее уменьшение отношения интенсивности первой компоненты аннигиляционного спектра ко второй наблюдается в цинке, частично рекристаллизованном в процессе отжига. Уменьшение интенсивности первой компоненты аннигиляционного спектра ко второй совпадает с интенсивной рекристаллизацией при 250 °С, что приводит к росту крупного зерна [4].

ЛИТЕРАТУРА

1. В.С. Неустроев, З.Е. Островский, В.К. Шамардин. Влияние напряжений на радиационное распухание и параметры вакансионной пористости облученных нейтронами аустенитных сталей // *ФММ*. 1998, т. 86, с.115-125.
2. А.Д. Васильев, И.Д. Горная, В.Ф. Моисеев и др. Диаграмма истинная деформация—температура и структурные аспекты разрушения молибдена // *Металлофизика*. 1982, т. 4, № 2, с. 91-100.
3. А. Дамаск, Дж. Динс. *Точечные дефекты в металлах*. М.: «Мир», 1966, 291 с.
4. Г.А. Маринин, Г.Я. Акимов, В.Н. Варюхин. Явление распухания цинка при его отжиге после больших пластических деформаций // *Письма в ЖТФ*. 2000, т. 26, №2, с. 28.
5. И.А. Гиндин, И.М. Неклюдов. *Физика программного упрочнения*. Киев: «Наукова думка», 1979, 184 с.
6. В.И. Гольданский. *Физическая химия позитрона и позитрония*. М.: «Наука», 1968, 351 с.
7. У.А. Арифов, П.У. Арифов. *Физика медленных позитронов*. Ташкент: ФАН, 1971, 233 с.
8. M. Haaks, T.E.M. Staab, K. Maier. Analyzing the high-momentum part of positron annihilation doppler spectra with a single germanium detector // *Nucl. Intr. Meth. Phys. Res.* 2006, v. A569, p. 829.
9. В.И. Графутин, Е.П. Прокопьев. Применение позитронной аннигиляционной спектроскопии для изучения строения вещества // *УФН*. 2002, т. 172, № 1, с. 67-83.
10. R.S. Brusa, W. Deng, G.P. Karwasz, A. Zecca. Doppler-broadening measurement of positron annihilation with high-momentum electrons in pure elements // *NIM in Phys. Res. B*. 2002, v. 194, p. 519-531.
11. *Справочник химика*. М.-Л.: «Химическая литература», 1951, т. 1, 895 с.

Статья поступила в редакцию 23.12.2010 г.

ВИКОРИСТАННЯ ДОПЛЕРОВСЬКОГО РОЗШИРЕННЯ АНІГІЛЯЦІЙНОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ ПОЗИТРОНІВ ДЛЯ ВИВЧЕННЯ РЕКРИСТАЛІЗАЦІЇ ЦИНКУ

М.П. Дикий, В.Д. Заболотний, Ю.В. Ляшко, В.І. Боровльов

Метод доплеровського розширення анігільційних ліній використовувався для вивчення впливу пластичної деформації й наступного відпалу цинку. Джерелом позитронів були ізотопи ^{65}Zn , отримані в реакції $^{66}\text{Zn}(\gamma, n)^{65}\text{Zn}$ безпосередньо в досліджуваному зразку, що дозволило зменшити фон в районі 511 кеВ. Виявлено мінімум відношення компоненти, обумовленої анігільцією позитронів на електронах провідності, до компоненти, що обумовлена анігільцією позитронів на електронах іонного остову. Цей мінімум при температурі 100 °С обумовлений утворенням пор.

USE OF DOPPLER BROADENING OF ANNIHILATION LINE OF POSITRONS FOR STUDYING RECRYSTALLIZATION OF ZINC

N.P. Dikiy, V.D. Zabolotny, Yu.V. Layshko, V.I. Borovlev

The method of Doppler broadening of annihilation lines was used for studying influence of plastic deformation and the subsequent annealing of zinc. A source of positrons were isotopes ^{65}Zn , received in reaction $^{66}\text{Zn}(\gamma, n)^{65}\text{Zn}$ is direct in a researched sample that has allowed to reduce a background in a vicinity 511 keV. The minimum of the relation the components, caused annihilate positrons on electron conductivity, to the component which is caused annihilate positrons on electron an ionic core is found out, at temperature 100 °С which is caused by formation of void.