

不同方式变形时高纯铁的正电子寿命研究

吴奕初 朱梓英

伊东芳子

伊藤泰男

(中山大学 广州 510275) (日本理化学研究所) (日本东京大学核科学与技术研究中心)

摘要 采用正电子寿命研究了压缩、冷轧和拉伸变形时高纯铁的正电子寿命随形变量的变化规律($\tau(\varepsilon)$ 曲线)。实验结果表明:若单考虑某一种方式的形变过程,其结果与前人的结果一致。实验中还发现压缩变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线明显高于拉伸时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线,而冷轧时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线介于两者之间。这种 $\tau(\varepsilon)$ 曲线的不同可归因于不同方式变形时导致的缺陷结构不同。

关键词 正电子湮没, 铁, 形变

采用正电子湮没技术(PAT)研究金属的变形时,一般认为随着形变量的增加,正电子参数增加;小形变量时参数增加显著;形变达到一定程度后正电子参数达到饱和^[1,2]。Park等^[3]研究高纯铁单晶中的变形发现,正电子寿命与形变量的变化规律(即 $\tau(\varepsilon)$ 曲线)随形变方式(拉伸、冷轧和弯曲)而变,刃型位错和螺型位错对正电子有不同的寿命值。最近,我们进一步采用慢拉伸与正电子多普勒展宽相结合的方法研究了应变速率对正电子 S 参数随形变量 ε 变化规律($S(\varepsilon)$ 曲线)的影响^[4],发现高纯铁在慢应变速率拉伸的条件下,其 $S(\varepsilon)$ 曲线出现不饱和现象,应变速率越小,不饱和现象越明显;并依据捕获模型估算了位错密度和空位浓度随形变量的变化。本文进一步探讨在以三种形变方式(压缩、冷轧和拉伸)变形时高纯铁的正电子寿命随形变量的变化规律。

1 材料和方法

高纯铁板纯度为99.99%,主要杂质为0.0015% C、0.001% Ca和0.00085% Si。将铁板冷轧成1mm厚度,线切割成12mm×12mm、10mm×50mm、10mm×100mm三种,分别作为压缩、冷轧及拉伸试样。然后用水磨砂纸将试样表面磨平(从150[#]到800[#]);再真空退火处理:真空度为10⁻³Pa,加温至850℃,保温15min,炉冷至室温;最后作电解抛光:抛光液为饱和磷酸铬酐,电流密度为1A/cm²,时间为5min。

退火样品进行压缩、冷轧及拉伸三种不同方式的形变,获得0—20%不同的形变量,压缩样品直接作正电子寿命测量,在冷轧及拉伸试样中部切割约10mm×15mm的两片作正电子寿命测量。寿命谱测量采用Canberra公司生产的快-慢符合正电子寿命谱仪, BaF₂探头, 3.6×10⁵Bq²²Na作为正电子源,时间分辨率为250ps;每个谱总累计数为10⁶,寿命谱采用国际通用的POSITRONFIT程序拟合分析。

2 结果及讨论

寿命谱采用三成分自由拟合,其中长寿命 $\tau_3 > 1500\text{ps}$, $I_3 < 1\%$,可归结为源成分和样

收稿日期:1997-01-20

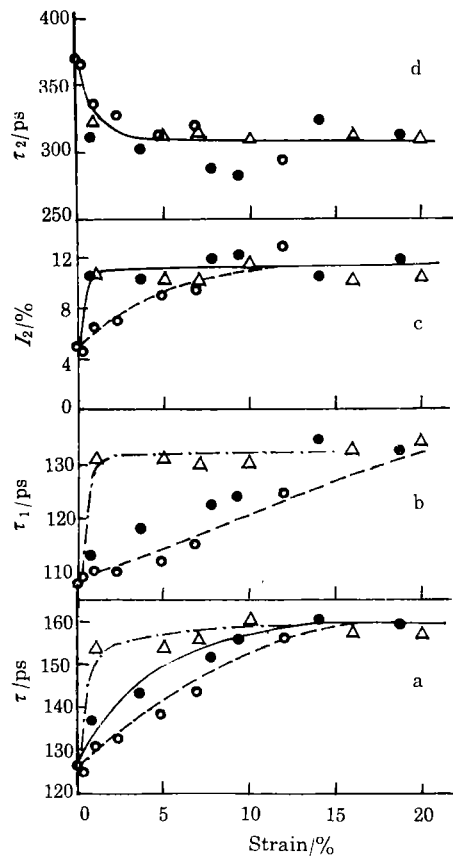


图1 正电子平均寿命 τ 、拟合参量 τ_1 、 τ_2 及 I_2 随形变量的变化

○ 拉伸, ● 冷轧, △ 压缩

Fig.1 Variations of positron parameters τ , τ_1 , τ_2 and I_2 with strain

○ Tension, ● Cold-rolling, △ Compression

品表面的贡献, 在下面的讨论中不作考虑。图1给出了正电子平均寿命 τ 、拟合参量 τ_1 、 τ_2 及 I_2 与形变量的变化关系。从图1a中可以看出不同形变方式变形时其 $\tau(\varepsilon)$ 曲线明显不同: 压缩变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线明显高于拉伸时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线, 而冷轧时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线介于两者之间。换句话说, 压缩变形时更容易引起缺陷的产生, 在形变量较小时即达到饱和。压缩、冷轧及拉伸三种不同方式形变达到饱和的形变量分别为2.0%、12.0%和15.0%。图1b中 $\tau_1(\varepsilon)$ 曲线的变化规律类似于 $\tau(\varepsilon)$ 曲线的变化规律, 所不同的是变化的趋势更为明显。然而, 从图1c和图1d中 $I_2(\varepsilon)$ 及 $\tau_2(\varepsilon)$ 曲线的变化规律可以看出, 拉伸时, I_2 随形变增加而缓慢增加, 但压缩及冷轧时, 在小形变量($\approx 1.0\%$)时 I_2 即达10%, 以后不随形变量而变化; 另一方面, 随着形变量的增加, τ_2 基本不变。

单考虑某一种方式(如拉伸)的形变过程, 随着形变量的增加, 正电子寿命增加, 小形变量时寿命增加显著, 形变达到一定程度后, 正电子寿命达到饱和, 这与文献[1,2]一致。电镜观察表明^[4], 纯铁塑性变形以后的位错分布不均匀, 有些地方密度高, 有些地方密度低。Alekseeva等^[5]的正电子寿命测量也指出, 位错的分布状态对正电子寿命影响很大, 位错越塞积, 其正电子寿命值越大(最大值约400ps)。我们认为不同的应变速率拉伸导致不同的空位浓度及位错的密度

和组态。快拉伸时, 一方面位错更容易引起塞积, 局部产生高的位错密度; 另一方面也更容易导致空位的产生及聚集形成空位团。因此, 应变速率越大, $S(\varepsilon)$ 曲线越高。采用类似的观点可解释图1观察到的结果。

金属变形产生空位和位错, 不同方式变形时导致不同的缺陷密度和组态。压缩变形时, 一方面, 位错更容易引起塞积, 局部产生高的位错密度; 另一方面, 通过位错运动, 交割产生大量的空位, 空位聚集使空位团、微空洞、微裂纹等在形变量较小时就可能出现。相反, 拉伸时, 位错运动, 因而容易滑出表面, 位错交割产生的空位也容易消失, 位错塞积、空位团、微空洞等在形变量较大时才可能出现。因此, 压缩变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线明显高于拉伸时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线。冷轧时样品同时受到拉力及压力作用, 综合效果使冷轧变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线介于两者之间。

我们的寿命谱拟合分析进一步表明: 不同的形变方式变形产生的缺陷结构不同, τ_1 的贡献包含完整态、位错及空位等小缺陷综合的效果; τ_2 则代表空位团、微空洞、微裂纹等较大

缺陷的寿命。当样品被拉伸时,随着形变量的增加, τ_1 缓慢增加,表示样品拉伸时不易产生位错塞积而导致位错密度迅速增加, I_2 缓慢增加则表明不易产生空位团、微空洞等较大的缺陷。相反,当样品被压缩时,随着形变量的增加, τ_1 迅速增加,表示样品压缩时易产生位错塞积而使位错密度迅速增加, I_2 迅速增加则表明压缩时空位团、微空洞、微裂纹等在形变量较小时就可能出现。当样品被冷轧时,随着形变量的增加, τ_1 、 I_2 的变化介于拉伸和压缩形变之间, τ_1 较缓慢增加表示样品冷轧时不易产生位错塞积导致位错密度迅速增加, I_2 较迅速增加则表明冷轧时易产生空位团、微空洞等较大的缺陷。因此,我们观察到压缩变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线明显高于拉伸时的曲线,冷轧变形时的 $\tau(\varepsilon)$ 曲线则介于两者之间。金属的形变过程相当复杂,至于形变过程更具体的细节有待采用高纯单晶样品进一步研究。

参 考 文 献

- 1 West R N. Adv Phys, 1973, 22:263-383
- 2 Hautojarvi P. Positron in solids. Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 1979. 89-144
- 3 Park Y K, Waber J T, Lewis Snead Jr L L. In: Jain P C, Singru R M, Gopinthan K P eds. Proceedings 7th international conference on positron annihilation. New Delhi, India, 1985. 564-566
- 4 Wu Y C, Teng M T, Hsia Y, *et al.* Mater Sci Forum, 1995, 175-178:573-576
- 5 Alekseeva D K, Moish U V, Sarak V I, *et al.* Phys Stat Sol (a), 1978, 45:K159-162

Positron lifetime studies of high purity iron samples with different deformation ways

WU Yichu ZHU Ziyang

Y Itoh

(Zhongshan University, Guangzhou 510275)

(RIKEN, Saitama, 351-01, Japan)

Y Ito

(Research Center for Nuclear Science and Technology, The University of Tokyo,

Ibaraki, 319-11, Japan)

Abstract

Variations of positron lifetime parameters with strain for the high purity iron samples with three ways of deformation (compression, cold-rolling and tension) have been investigated. Experimental results showed that when only one way of deformation (e.g. tension) was considered, our results were in accordance with the previous references. It was found that variations of the mean lifetime with strain (i.e. the $\tau(\varepsilon)$ curve) depended on the way of deformation. The $\tau(\varepsilon)$ curve for compression was evidently higher than that for tension, and the $\tau(\varepsilon)$ curve for cold-rolling was between them. It seems that the difference in $\tau(\varepsilon)$ curves for various depends on the types and concentrations of defects.

Key words Positron annihilation, Iron, Deformation