

不同速度拉伸变形时高纯铁的正电子湮没研究*

吴奕初 田中卓 常香荣 肖纪美

北京科技大学材料物理系, 北京, 100083

1989年12月25日收到; 1991年3月25日收到修改稿

本文采用慢拉伸与正电子多普勒展宽方法相结合, 研究应变速率对正电子 S 参数与形变量 ϵ 变化规律 (S - ϵ 曲线) 的影响, 获得如下结果:

1) 高纯铁慢拉伸条件下, 其 S - ϵ 曲线出现不饱现象, 应变速率越小, 不饱现象越明显; 2) 高纯铁中 S - ϵ 曲线随应变速率变化的原因归结于不同应变速率拉伸所产生的位错组态不同; 3) 高纯铁拉伸变形时, S 参数的增加一部份来源于位错, 另一部份来源于空位, 空位及其聚合物是导致 S - ϵ 曲线不饱和的主要原因。

PACC: 7870B; 6180F; 6220F; 8140L

一、引 言

一般而言, 金属发生变形时随形变量的增加, 正电子 S 参数增加, 小形变量时 S 参数增加显著, 形变量达到一定程度 S 参数达到饱和, 饱和的形变量取决于样品的成份和热处理状态^[1,2]. Park 等人^[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随形变方式(拉伸、冷轧和弯曲)而变, 刃位错和螺位错对正电子有不同的寿命. 前人的工作主要集中于研究金属的快速变形, 未考虑形变条件改变时正电子参数的影响. 另外, 金属变形时将产生空位和位错, 正电子参数反映两种缺陷的综合作用的结果, 因此, 很有必要进一步分离两者的相对贡献. 基于上述两点考虑, 本文研究高纯铁中不同应变速率下 S 参数随形变量的变化规律, 采用低温回复消除空位的方法, 证实在形变金属中空位对 S 参数的贡献是很大的。

二、实 验 过 程

高纯铁(纯度为 99.99%) 板冷轧成厚度为 1mm, 然后线切割成如图 1 所示的拉伸试样. 试样加工完毕进行如下处理: 1) 机械抛光 用水磨砂纸将试样表面磨平(从 150# 到 800#); 2) 真空退火处理 真空度为 10^{-5} Torr, 加温至 850℃, 保温 15min, 缓冷至室温; 3) 电解抛光 抛光液为饱和磷酸铬钎, 电流密度为 1A/cm², 时间为 5min.

测量 511keV 湮没能峰的多普勒展宽采用 10 μ Ci 的 ²²Na 作为正电子源, 高纯锗探头,

* 国家自然科学基金资助的课题.

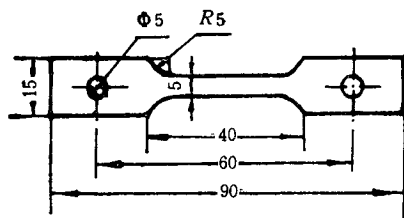


图1 拉伸试样的尺寸

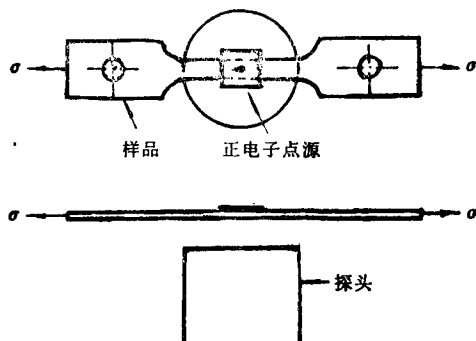


图2 实验装置示意图

对 ^{88}Sr 的 514keV γ 射线的能量分辨 (FWHM) 为 1.06keV. 实验结果采用线型参数 S 表示, 它定义为 511keV 能量曲线的峰翼之比. 峰区计数表示低动量电子的湮没, 翼区表示高动量电子湮没, 严格讲, S 参数表示动量分布的变化. 但在缺陷中, S 参数与浓度有关, 也与缺陷类型有关.

S - ϵ 曲线的测定采用慢拉伸与正电子多普勒展宽测量相结合, 如图2所示, 正电子点源放在测量样品上, 高纯锗探头在样品及正电子点源的正下方, 这样通过自制的慢拉伸仪, 拉伸试样可获得不同的形变量, 探头可随时接收测量的数据, S - ϵ 曲线可在单一试样中获得. 具体测量过程如下: 使用应变速率为 5×10^{-3} 和 $5 \times 10^{-5}/\text{s}^{-1}$ 拉伸时, 由于拉伸速度较快, 实验中首先测量未拉伸时的 S 参数, 然后拉伸形变至 0.2%, 1.0%, 2.0%, ... 各种不同形变量, 依次测量其对应的 S 参数, 直至试样发生断裂; 当采用 $5 \times 10^{-7}/\text{s}^{-1}$ 的应变速率拉伸时, 拉伸速度很慢, 每一 S 参数测量时间内 (大约需 1.5h) 的形变量小于 0.3%, 因此, 多普勒展宽谱仪连续记录 S 参数的变化, 慢拉伸仪连续记录试样形变量的变化, 即 S - ϵ 曲线可实现动态测量. 在本文 S - ϵ 曲线测量过程中, 正电子点源, 样品及高纯锗探头的相对位置保持不变, 实验获得的数据点多, 统计及系统误差小, 因此, 采用两种方法结合, 大大增加了所测曲线的准确性和可靠性.

三、实验结果

图3给出三种不同应变速率拉伸时的 S - ϵ 曲线, 从图3中可看出: 应变速率越小, 不饱和现象越明显, 并且对于同一形变量, 应变速率越小, 其 S 参数值越小, 即慢速变形时的 S - ϵ 曲线低于快速变形时的 S - ϵ 曲线.

应变速率为 $5 \times 10^{-7}/\text{s}^{-1}$ 拉伸时, S - ϵ 曲线出现明显的不饱和现象, 形变量小于 10.0% 时, S 参数随形变量的增加而迅速增加, 大于 10.6% 时, S 参数随形变量增加而缓慢增加, 未观察到饱和值存在, 形变量达到 25.0% 时, 样品内部产生缩颈, 在缩颈处 S 参数又出现明显的增加, 形变量达到 29.3% 时, 样品发生断裂. 采用 $5 \times 10^{-5}/\text{s}^{-1}$ 的应变速率拉伸时, 其 S - ϵ 曲线前者的变化规律类似, 同样出现不饱和现象. 然而采用 $5 \times 10^{-3}/\text{s}^{-1}$ 的应变速率快速拉伸时, 小形变量时 S 参数显著增加, 形变量达到一定程度, S - ϵ 曲线出现饱和的趋势.

为了进一步分析 S - ϵ 曲线出现不饱和现象的原因, 我们研究了形变铁中低温回复消

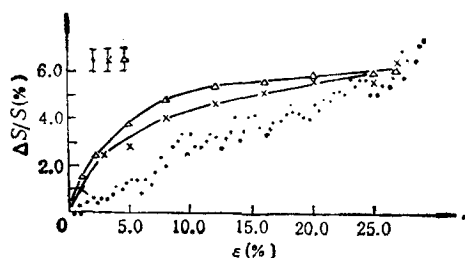


图3 不同应变速率对 S - ϵ 曲线的影响 Δ 为 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; $\times$ 为 $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; $\bullet$ 为 $5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$

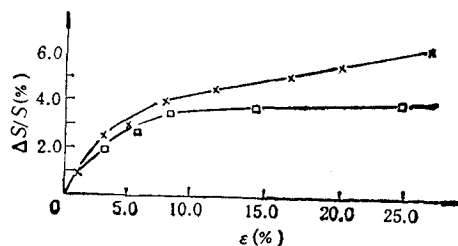


图4 空位回复前后 S - ϵ 曲线的变化 $\times$ 为回复前; $\square$ 为回复后; 应变速率为 $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

除空位后对 S 参数的影响。图4给出500K回复前后应变速率为 $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 拉伸时 S 参数随形变量的变化规律。回复前的 S - ϵ 曲线采用单一样品拉伸测量获得; 而回复后的 S - ϵ 曲线则采用多个样品拉伸至不同的形变量, 然后在500K回复10h测量获得。500K回复消除形变所产生的空位, 而形变所导致的位错则基本不变, 因此, 从图4可以观察到: 空位消除后, S - ϵ 曲线的不饱和现象消失, 这个结果说明, 空位浓度随形变量而变, 形变量越大, 空位浓度越高, 亦即对 S - ϵ 曲线的影响就越大。

四、讨 论

前人的结果都是在快速变形下获得的, S - ϵ 曲线呈现饱和的特征^[1,2]。本实验结果表明: 快速拉伸时 ($5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), S - ϵ 曲线也呈现饱和趋势, 与前人的结果一致; 但在慢速变形时 (5×10^{-5} 和 $5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$), 观察到 S - ϵ 曲线的不饱和现象。

许多实验表明: 形变将导致位错和空位的产生^[4,5], 理论和实验上已对空位的组态作了详细的分析, 单空位、双空位以及空位团对于正电子是不同的陷阱^[6,7]。电子显微镜上已观察到纯铁形变以后其位错分布是不均匀的, 有的地方密度高, 有的地方密度低。Aleksieva 等人^[8]的正电子寿命测量也发现位错的分布组态对正电子寿命值影响很大, 位错越塞积, 其正电子寿命值越大(最大值达400ps)。因此, 可以认为位错塞积程度不同对于正电子是不同的陷阱, 不同的应变速率拉伸时, 产生不同的位错组态。快拉伸时更容易引起位错塞积, 同时更容易导致空位的产生及聚集, 所以, 快拉伸时的 S - ϵ 曲线高于慢拉伸时的 S - ϵ 曲线。

依据图4的结果, S - ϵ 曲线中 S 参数的上升包括两部份的贡献, 一部份来源于位错, 另一部份来源于空位; 前一部份贡献随形变量增加而增加, 形变量达到一定程度 S 参数出现饱和; 后一部份贡献由于形变所产生的空位浓度较低 ($\approx 10^{-4}\epsilon$), S 参数随形变量增加而增加, 并不出现饱和。两者综合的效果, 形变量较小时, S 参数的变化主要取决于位错密度的大小; 形变量较大时, 正电子对于位错已达饱和, S 参数的变化主要取决于空位浓度, 即形变产生的空位是导致 S - ϵ 曲线不饱和的原因。然而, 在快速变形时, 一方面拉伸时更容易引起位错塞积, 位错对 S 参数的相对贡献可能增加; 另一方面, 拉伸时更容易导致空位的产生和聚集, 空位团、微空洞、微裂纹等提早出现, 由此导致 S - ϵ 曲线呈现饱和趋势。实验测量的 S - ϵ 曲线包含位错和空位的贡献, 显然用两态捕获模型^[9]估算位错密度时, 必须考虑空位的影响, 这方面的工作目前正在进展之中。

五、结 语

1. 高纯铁慢拉伸条件下, 其 S - ϵ 曲线出现不饱和现象, 应变速率越小, 不饱和现象越显著。
2. 高纯铁中 S - ϵ 曲线随应变速率变化的原因归结于不同应变速率拉伸时所产生的位错组态不同。
3. 高纯铁拉伸变形时, S 参数的增加一部份来源于位错, 另一部份来源于空位, 空位及其聚合物是导致 S - ϵ 曲线不饱和的主要原因。

- [1] R. N. West, *Adv. Phys.*, 22(1973), 263.
 [2] P. Hautojarvi, *Positron in Solids*, Springer, Berlin, (1979), p. 135.
 [3] Yong-ki Park, J. T. Waber & C. L. Snead, Jr., *Proc. 7th Int. Conf. on Positron Annihilation*, Ed. P. C. Jain, R. M. Singru and K. P. Gopinathan, New Delhi, India, (1985), p. 564.
 [4] F. Seit, *Adv. Phys.*, 1(1952a), 43
 [5] N. F. Mott, *Phil. Mag.*, 43(1952), 1151.
 [6] P. Hautojarvi, J. Heinio, M. Manninen, R. Nieminen, *Phil. Mag.*, 35(1977), 973.
 [7] P. Jena, A. K. Gupta, K. S. Singwi, *Solid State Commun.*, 21(1977), 293.
 [8] O. K. Alekseeva, U. V. Moish, V. I. Sarrak, G. A. Filippov, V. P. Shantarovich, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 45 (1978), K159.

POSITRON ANNIHILATION STUDY ON DEFORMATION OF HIGH PURITY IRON UNDER DIFFERENT STRAIN RATE

WU YI-CHU TIAN ZHONG-ZHUO CHANG XIANG-RONG XIAO JI-MEI

Department of Materials Physics, Beijing University of Science and Technology, Beijing, 100083

(Received 25 December 1989; Revised Manuscript Received 25 March 1991)

ABSTRACT

Variation of S -parameter with the strain (S - ϵ curve) under different strain rate are investigated by combining Doppler broadening measurement with slow tensile test. Experimental results are as follows:

1. Under slow strain rate, the S - ϵ curve in high purity iron does not tend to saturation. The slower the strain rate is, the more evident the "non-saturation phenomenon".
2. Variations of S - ϵ curve with strain rate are attributed to the different configuration of dislocation distribution under different strain rates.
3. As high purity iron is deformed, the increment of S -parameter depends not only on dislocation density but also on vacancy concentration, and we attribute the so called "non-saturation phenomenon" of S - ϵ curve to the strain induced vacancies.

PACC: 7870B; 6180F; 6220F; 8140L