

З.А. Дурягіна, Н.В. Щербовських

Ідентифікація структурних бар'єрів приповерхневих шарів сталі 12Х17Т методом аннігіляції позитронів

Національний університет "Львівська політехніка", м. Львів
79010, Львів -13, вул. С.Бандери, 12, zduriagina@gmail.com.

Показано доцільність використання методу аннігіляції позитронів для ідентифікації структурних бар'єрів у приповерхневих шарах корозійнотривких сталей. Встановлено морфологічні особливості топології дефектів вздовж дефектів поверхні та за глибиною синтезованих захисних бар'єрних шарів.

Ключові слова: аннігіляція позитронів, дефект, сталь, структурний бар'єр.

Стаття постуила до редакції 15.07.2008; прийнята до друку 15.09.2009.

Вступ

В останні роки явище аннігіляції позитронів успішно використовується в якості методичного підходу для оцінки топології дефектності мікроструктури поверхневих шарів деяких чистих металів [1,2]. Відомо, що ідентифікація мікродефектів пов'язана з певними методичними труднощами, оскільки характер їхнього розподілу за поверхнею та за глибиною зразка не можливо оцінити ні металографічно, ні рентгеноструктурно. Зокрема, оцінка густини цих дефектів та характеру їх розташування у кристалічній ґратці суттєво змінює рівень електрофізичних і функціональних властивостей. Практичну цінність використання методу аннігіляції позитронів ми вбачаємо у розширенні можливостей щодо оцінки зміни стану поверхні під впливом зовнішніх чинників чи на стадії експлуатації, чи після створення на поверхні захисних структурних бар'єрів різного функціонального призначення. В нашій роботі вперше показана можливість застосування методики аннігіляції позитронів [1] для дослідження більш складних систем, а саме багатокомпонентних сплавів системи Fe-Cr-Ti-C, типовим представником якої є сталь марки 12Х17Т.

І. Методика дослідження

В якості об'єкту дослідження були обрані три пари зразків із сталі 12Х17Т, що різнилися станом поверхні. В одному випадку поверхня відповідала вихідному стану. В другому випадку – представляла собою захисні бар'єрні шари, сформовані лазерним

легуванням на CO₂ – лазері неперервної дії потужністю 6,5 кВт [3,4]. В третьому випадку розглядалась поверхня із створеним бар'єрним шаром після корозійних досліджень у розплаві Li₁₇Pb₈₃ при 500°C на протязі 5000 год. Для реєстрації спектру випромінювання використовували спектрометр з двома синтезуючими старт (S₁) – і стоп – зондами (S₂), які встановлювали під кутом один до одного. Між зондами S₁ і S₂ розміщували одну з вище вказаних пар зразків, що опромінювали ізотопом ²²Na (рис. 1).

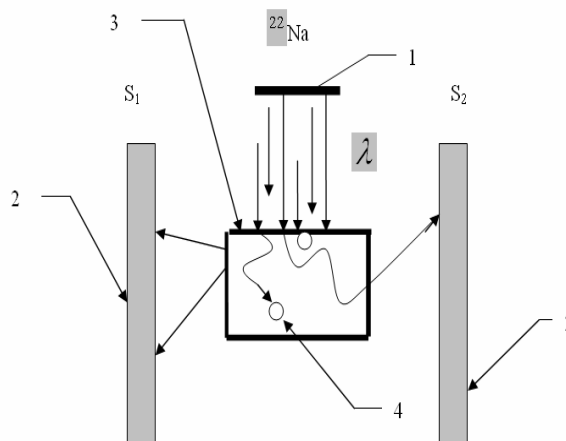


Рис. 1. Схема вимірювальної комірки спектрометра: 1– джерело позитронів; 2 - зонди спектрометра; 3 – зразок 4– дефект, λ – довжина хвилі діючого випромінювання.

Втілений у кристалічну ґратку матеріалу позитрон вільно рухається до зустрічі із дефектами, які виступають в ролі поглиначів, захоплюючи позитрони. Кінетику цього процесу описує

стандартна модель аннігіляції позитронів, яка ґрунтується на наступних припущеннях:

- при досягненні стану термодинамічної рівноваги (для часу $t=0$) переважно всі позитрони знаходяться в стінках Блоха, а вільні позитрони дифундують по кристалу та аннігілюють з цього стану із швидкістю $\lambda_f = 1/\tau_f$;
- швидкість аннігіляції позитронів K_{Dj} на дефектах i -го роду прямо пропорційна концентрації цих дефектів C_{Dj} : $K_{Dj} = \mu_{Dj} \cdot C_{Dj}$, де μ_{Dj} – загальна швидкість аннігіляції позитронів, що властива для даного дефекту;
- існує можливість вивільнення позитронів із дефекту, що може бути оцінено за допомогою швидкості вивільнення δ_{Dij} .

II. Результати досліджень та їх обговорення

Зареєстрований під час вимірювань спектр відбитих фотонів за допомогою комп'ютерної програми Lifetime розклали на дві складові, оскільки саме такий розклад дає найточніші результати. При цьому коефіцієнт відхилення відповідності близький до ідеального ($k^2 = 1$), порівняно із розкладом на одну та три складові (за часом життя позитронів та інтенсивністю спектру відбитих фотонів). Відповідно до двокомпонентної моделі аннігіляції позитрон аннігілює з вільного стану до одного локалізованого стану в дефекті ($N = 1$) через недостатність процесу вивільнення ($\delta_{Dj} = 0$). Кількість позитронів, що знаходиться у вільному стані f за одиницю часу свого перебування у кристалічній ґратці матеріалу описується рівнянням:

$$\frac{dn_f}{dt} = -(\lambda_f + \sum_{j=1}^N K_{Dj}) \cdot n_f + \sum_{j=1}^N \delta_{Dj} \cdot n_{Dj} \quad (1)$$

В той час як кількість позитронів, що знаходиться у дефектах i – го роду за одиницю часу свого перебування у кристалічній ґратці матеріалу можна обрахувати за рівнянням:

$$\frac{dn_{Dj}}{dt} = \sum_{j=1}^N K_{Dj} \cdot n_f - (\lambda_{Dj} + \delta_{Dj}) \cdot n_{Dj} \quad (2)$$

Складаємо систему $N+1$ різницевих рівнянь, для яких граничні умови записуються у вигляді:

$$n_f = n_0; n_{Dj}(0) = 0; j = 1, \dots, N. \quad (3)$$

Відповідно до двокомпонентної моделі спектр часу життя позитронів складається з двох складових часу життя τ_1 і τ_2 та інтенсивностей I_1 і I_2 , причому $I_1 + I_2 = 100\%$, тому розв'язок цієї системи різницевих лінійних рівнянь зводиться до визначення величини і власних векторів матриці, в результаті чого нам вдалося розрахувати складові величини часу життя та їхньої інтенсивності в одержаному

спектрі:

$$\tau_1 = \frac{\tau_f}{1 + \tau_f \cdot K_{Dj}}, \quad I_1 = \frac{\tau_{D1} - \tau_f}{\tau_{D1} - \tau_f + K_{D1} \cdot \tau_{D1} \cdot \tau_f}, \quad (4)$$

$$\tau_2 = \tau_{D1}, \quad I_2 = \frac{K_{D1} \cdot \tau_{D1} \cdot \tau_f}{\tau_{D1} - \tau_f + K_{D1} \cdot \tau_{D1} \cdot \tau_f}. \quad (5)$$

Варто зауважити, що в двокомпонентній моделі найкоротший час життя τ_1 , не є рівним, а менший від часу життя вільного позитрону τ_f , тоді як друга складова часу життя позитронів точно відповідає часу життя позитрону в дефекті. Відповідно до двокомпонентної моделі аннігіляції позитронів за тривалістю життя позитронів можна визначити типи дефектів, що знаходяться у досліджуваному матеріалі, в той час як за інтенсивністю спектру відбитих фотонів встановлюється концентрація цих дефектів (рис. 2). При цьому середній час життя позитронів є відповідною мірою степені дефектності

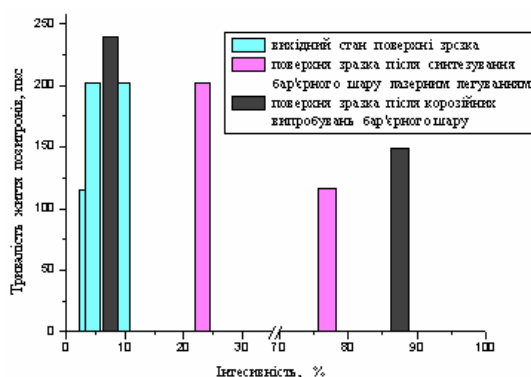


Рис. 2. Залежність тривалості часу життя позитронів (τ) від інтенсивності спектру випромінювання фотонів (I).

поверхні зразка (табл. 1).

Одержані результати досліджень дозволили встановити, що поверхня зразка сталі 12X17T у вихідному стані виявилась більш дефектною порівняно із станом її поверхні після формування бар'єрних шарів лазерною обробкою. Це можна пояснити тим, що розміри дефектів першого роду (вакансії, дислокації), ідентифіковані у вихідному стані, менші за розміри дефектів другого роду (кластери, дисклінації), проте кількість перших значно більша. Після лазерного легування, коли поверхневі шари на глибині до 150-200 мкм мають відмінну від основи структуру, морфологічні особливості якої визначаються фазовими перетвореннями, перерозподілом легувальних елементів між твердим розчином і вторинними фазами, зміною енергетичного стану поверхні та безперечно параметрами поверхневої обробки, концентрація дефектів першого роду збільшується, оскільки відбувається подрібнення зерен, а, відповідно, збільшення загальної поверхні границь зерен. Крім цього, під час лазерного легування створюються енергетичні умови, що сприяють утворенню коміркової дислокаційної будови. При цьому концентрація дефектів другого роду буде зменшуватися в результаті аннігіляції цих дефектів.

Таблиця 1

Параметри аннігіляції позитронів, визначені експериментальним шляхом						
Стан поверхні зразка	τ_1 , пкс	τ_2 , пкс	I_1 , %	I_2 , %	τ_m , пкс	k^2
Вихідний	114,5 ± 3	201,4 ± 3,2	54,8 ± 2,3	45,2 ± 2,3	153,7	0,9236
Після синтезування бар'єрного шару лазерним легуванням	116,8 ± 2,8	202 ± 13	76,9 ± 4	23,14 ± 4	137,08	1,0346
Після корозійних випробувань бар'єрного шару	148,4 ± 8,4	240 ± 7,8	90 ± 11,6	10 ± 11,6	135,9	1,0381

Після корозійних випробувань спостерігається збільшення розмірів дефектів як першого, так і другого роду. В той самий час концентрація дефектів другого роду зменшується, а першого – навпаки збільшується. Такий характер закономірностей перерозподілу дефектів різного ієрархічного рівня за концентрацією та розмірним фактором підтверджує позитивну роль існування в поверхневих шарах конструкційних матеріалів штучно створених структурних бар'єрів [5]. В такий спосіб використання методу аннігіляції позитронів є прямим свідченням ефективності використання методів інженерії поверхні для керованого регулювання її структурно – енергетичного стану з метою формування заданих функціональних властивостей. Це підтверджує стабілізацію структурних бар'єрних шарів, які виконують надійну захисну функцію.

Висновок

В результаті проведених досліджень нами вперше показана ефективність використання методу аннігіляції позитронів для вивчення стану поверхні складних систем, до яких відносяться корозійнотривкі сталі.

*Виміри здійснені на спектрометрі інституту фізики Університету Опольського (Польща) за сприяння професора Р.Петчака.

Дурягіна З.А. – доктор технічних наук, професор;
Щербовських Н.В. – аспірант.

- [1] R.Pietrzak, R.Szatanik, A.Jaworska. The influence of magnetic field on annihilation of positrons in corroded steel St-20 // *Acta physica polonica.*, **110**, pp.677-681 (2006)
- [2] R. Pietrzak, R. Szatanik and M. Szuszkiewicz. Measurements of positron Lifetimes in corroded nickel // *Acta physica polonica A.*, **95** (4), p.647-651 (1999).
- [3] З.А. Дурягіна, Г.В. Лазько, Н.В. Пилипенко/ Комп'ютерне моделювання оптимальних параметрів лазерного легування корозійнотривких сталей // *Журнал запорізького національного технічного університету «Нові матеріали і технології в машинобудуванні».*, **1**, сс. 20-25 (2008).
- [4] Z.A. Duriagina. The enhancement of the corrosional and mechanical resistance of stainlees steel using a surface treatment // *Solidification of Alloys*, PAN– Katawice, PL ISSN 0208-9386., **2** (42), p.155-162 (2000).
- [5] *Патент № 17292 UA, B21F21/00, D21C9/00.* Структурний бар'єр на поверхні конструктивних елементів атомного енергетичного обладнання. Дурягіна З.А., Алімов В.І., Тепла Т.Л., Штихно А.П., Заявл. 03.04.2006. Оpubл. 15.09.2006, Бюл. №9.

Z.A. Duriagina, N.V. Shcherbovskykh

The Identification the Structure Barrier in the Near-Surface Sphere in the 12X17T Steel by Method of Positron Annigilation

The Lviv national politehnic University, Lviv
79010, Lviv -13, S.Bandera street, 12, zduriagina@gmail.com.

It is show, that is weii-hendled using the positron annigilation metod for idintification the structure barrier in the near-surface sphere corrosive persistante steels. It is determine the morphologic feature defects topology on the surface and the depth structure barriers.

Key words: positron annigilation, defect, steel, structure barrier.