







Received: 11.10.2018
Revised: 30.10.2018
Accepted: 09.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.126-135

POSITRON ANNIHILATION STUDY OF THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF DEFORMED AUSTENITIC IRON-NICKEL ALLOYS

D. A. Perminov^{a)*}, A. P. Druzhkov^{b)}, and V. L. Arbusov^{c)}

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, UB RAS,
 18 S. Kovalevskoy St., 620108, Ekaterinburg, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  perminov@imp.uran.ru;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-9586-9072>  druzhkov@imp.uran.ru;
^{c)}  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbusov@inm.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: d_perm@ramble.ru
 Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy 18, 620108, Ekaterinburg, Russian Federation
 Tel.: +7 (343) 378 38 62; fax: (343) 374 52 44

The paper studies the evolution of the imperfect structure of Fe-Ni alloys under plastic deformation and subsequent isochronal annealing by positron annihilation spectroscopy. The stages corresponding to the annealing of vacancy-type defects, the heterogeneous nucleation of Ni₃Ti precipitate particles and recrystallization are determined. It is demonstrated that titanium atoms interact with vacancy defect, thus enhancing the accumulation of vacancy-type defects formed during deformation and their thermal stability. The formation of vacancy–titanium-atom mobile complexes in the process of annealing leads to the segregation of titanium at dislocations and the heterogeneous nucleation of Ni₃Ti precipitate particles. These particles suppress the capture of positrons by dislocations. At the same time, this effect essentially depends on the dislocation structure present in the alloys. At temperatures exceeding 850 K, the precipitation particles coarsen due to thermally induced aging. As a result, the sensitivity of positrons to dislocations is partially restored.

Keywords: iron-nickel alloys, plastic deformation, dislocations, segregation, positron annihilation.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia (Spin, No. 01201463330) and partially supported by the RFBR (project No. 18-02-00270).

Referenses

1. Dlubek G., Brummer O., Hensel E. Positron-annihilation investigation for an estimation of dislocation density and vacancy concentration of plastically deformed polycrystalline Ni of different purity. *Physica Status Solidi A-Applied Research*, 1976, vol. 34, no. 2, pp. 737–746. DOI: 10.1002/pssa.2210340239.
2. Dlubek G., Krauser R., Brummer O., Michno Z., Gorecki T. Impurity-induced vacancy clustering in cold-rolled nickel alloys as studied by positron annihilation techniques. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1987, vol. 17, pp. 1333–1347. DOI: 10.1088/0305-4608/17/6/008.
3. Grafutin V.I., Prokop'ev E.P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies. *Phys. Usp.*, 2002, vol. 45, no. 1, pp. 59–74. DOI: 10.1070/PU2002v045n01ABEH000971.
4. Seeger A., Banhard F. Defect studies by positron annihilation – technique, achievement, problems, perspectives. *Helvetica Physica Acta*, 1990, vol. 63, pp. 403–428.
5. Wider T., Hansen S., Holzwarth U., Maier K. Sensitivity of positron annihilation to plastic deformation. *Physical Review B*, 1998, vol. 57, no. 9, pp. 5126–5139. DOI: 10.1103/PhysRevB.57.5126.







6. Arbuzov V.L., Druzhkov A.P., Pecherkina N.L., Danilov S.E., Perminov D.A., Sagaadze V.V. Positron annihilation study of the microstructure evolution in deformed Fe-Ni austenitic alloys containing titanium. *The Physics of Metals and Metallography*, 2001, vol. 92, no. 1, pp. 70–76.
7. Druzhkov A.P., Perminov D.A. Positron annihilation studies of microstructural changes in cold-worked Fe–Ni-base aging alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, pp. 3877–3885. DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.083.
8. Eldrup M., Singh B.N. Studies of defects and defect agglomerates by positron annihilation spectroscopy. *Journal of Nuclear Materials*, 1997, vol. 251, pp. 132–138. DOI: 10.1016/S0022-3115(97)00221-3.
9. Druzhkov A.P., Perminov D.A., Pecherkina N.L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy. *Philosophical Magazine*, 2008, vol. 88, pp. 959–976. DOI: 10.1080/14786430802014670.
10. Druzhkov A.P., Klotsman S.M., Pushin V.G., Likhodeevskaya E.I. Study of defect annealing in plastically deformed nickel by positron annihilation method. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1987, vol. 64, no. 3, pp. 525–532. (In Russian).
11. Druzhkov A.P., Arbuzov V.L., Perminov D.A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2005, vol. 341, pp. 153–163. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.
12. Van Bueren H.G. Imperfections in crystals, Amsterdam, North-Holland Publishing Company, 1960.
13. Gorelik S.S., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M. *Recrystallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys]. Moscow, MISiS Publ., 2005, 432 p. (In Russian).

Подана в журнал: 11.10.2018
УДК 669.1'24'295:620.179.15
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.126-135

ПОЗИТРОННЫЕ АННИГИЛЯЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ ДЕФОРМИРОВАННЫХ АУСТЕНИТНЫХ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

Д. А. Перминов^{а)*}, А. П. Дружков^{б)}, В. Л. Арбузов^{в)}

*ФГБУН Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  perminov@imp.uran.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-9586-9072>  druzhkov@imp.uran.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbuzov@inm.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: d_perm@ramble.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–38–62; факс: +7 (343) 374–52–44

Работа посвящена исследованию эволюции дефектной структуры Fe-Ni сплавов при пластической деформации и последующем изохронном отжиге методом позитронной аннигиляционной спектроскопии. Были определены стадии, соответствующие отжигу дефектов вакансионного типа, гетерогенному зарождению частиц выделений Ni₃Ti и рекристаллизации. Было показано, что атомы титана взаимодействуют с вакансионными дефектами, усиливая накопление дефектов вакансионного типа, образующихся при деформации, и их термическую стабильность. Образование подвижных комплексов вакансии – атом титана в процессе отжига приводит к сегрегации титана на стоках и гетерогенному зарождению частиц интерметаллидных выделений Ni₃Ti. Эти частицы подавляют захват позитронов дислокациями. При этом, данный эффект существенно зависит от дислокационной структуры, присутствующей в сплавах. При температурах выше 850 К происходит укрупнение частиц выделений благодаря термически-индуцированному старению. В результате этого чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Ключевые слова: железо-никелевые сплавы, пластическая деформация, дислокации, сегрегация, аннигиляция позитронов.

1. Введение

Пластическая деформация является одним из способов предварительной обработки конструкционных сталей. При этом в процессе деформации формируется сложный спектр дефектов, в частности высокая плотность неоднородно распределенных дислокаций. Кроме того, при деформации образуется большое количество вакансий, которые также не всегда гомогенно распределены [1, 2]. При этом наличие дефектов решетки, прежде всего дислокаций, может в определенных обстоятельствах привести к гетерогенному зарождению γ' -фазы.

Основным методом исследования дефектной структуры, созданной пластической деформацией, является просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). С помощью ПЭМ надежно идентифицируется дислокационная структура, но мелкие вакансионные дефекты, а также выделения вторых фаз размерами меньше 1 нм не обнаруживаются. Поэтому интерес представляют исследования деформированных сплавов методами, обладающими высокой чувствительностью как к видимым, так и не видимым ПЭМ дефектам, обладающими при этом высокой избирательностью. Одним из таких методов является позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС). Позитроны – хорошо известный зонд для дефектов ваканси-

онного типа и дислокаций [3–5]. При этом ПАС обладает высокой чувствительностью к дефектам как по их размерам (от 0,1 до 3 нм для вакансионных кластеров), так и по концентрации (10^{-3} – 10^{-6} на атом для вакансий, 10^{12} – 10^{15} м⁻² для дислокаций).

Цель работы – получение информации об эволюции микроструктуры деформированных аустенитных Fe-Ni сплавов на атомном уровне, а также влияние легирования титана на эволюцию микроструктуры с помощью позитронной аннигиляционной спектроскопии. Сплавы, использованные в работе, являются модельными по отношению к аустенитным нержавеющим сталям. В работе также изучены возможности ПАС по детальному исследованию эволюции структурных особенностей сплавов при термическом отжиге деформированных сплавов. Часть результатов, представленных в статье, была опубликована ранее в [6, 7].

2. Материалы и методика

В работе исследовались ГЦК сплавы Fe-35,3 ат. % Ni (Fe-Ni) и Fe-35,2 ат. % Ni-2,9 ат. % Ti (Fe-Ni-Ti). Эти сплавы являются модельными по отношению к аустенитным нержавеющим сталям, широко используемым в реакторах на быстрых нейтронах. Кроме того, сплав Fe-Ni-Ti является стареющим сплавом. В процессе отжига при температурах выше 700 К в этом сплаве происходит выделение когерентных частиц γ' -фазы типа Ni₃Ti.

Образцы были приготовлены в форме пластин размером 10×10×0,2 мм³. После прокатки, резки и электрополировки образцы отжигались при температуре 1373 К в гелиевой атмосфере в течение 1 ч, а затем быстро охлаждались со скоростью ≈ 500 К/сек. Режимы отжига и закалки выбирали с тем расчетом, чтобы исключить образование в сплаве Fe-Ni-Ti интерметаллидных выделений при охлаждении. Микроструктуру закаленных образцов исследовали просвечивающим электронным микроскопом марки JEM-200 CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Рентгеноструктурный анализ, проведенный с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-2, показал наличие в образцах одной аустенитной фазы. Средний размер зерна в образцах составлял ≈ 50 мкм, плотность дислокаций $\approx 10^{11}$ м⁻².

Пластическая деформация исследуемых образцов осуществлялась посредством прокатки в валках при комнатной температуре. Уменьшение толщины образца при прокатке достигалось несколькими проходами с примерно равным значением снижения толщины при каждом шаге.

Изохронные отжики деформированных образцов проводили в интервале температур 300–1200 К в вакууме не хуже 10^{-5} Па. Интервалы между соседними значениями температуры составляли величину 25–50 К. Точность поддержания температуры в процессе выдержки составляла ≈ 2 К. Время выдержки на каждой ступени подбиралось в промежутке 25–50 мин с таким расчетом, чтобы средняя скорость нагрева была ≈ 1 К/мин. После каждой выдержки образцы охлаждались до комнатной температуры со скоростью ≈ 100 К/мин.

Образовавшиеся при деформации дефекты диагностировали методом угловой корреляции аннигиляционного излучения (УКАИ), который является одной из методик ПАС [3, 4, 8]. УКАИ метод был реализован на спектрометре с разрешением 1 мрад × 160 мрад. В качестве источника позитронов использовался радионуклид ⁶⁸Ge активностью ~ 400 МБк. В каждый спектр УКАИ набиралось около $5 \cdot 10^5$ отсчетов совпадений. Все измерения проводились при комнатной температуре. Спектры УКАИ представляют собой зависимость скорости счета совпадений от угла θ (θ – отклонение угла разлета аннигиляционных γ -квантов от 180°). Угол $\theta = p_z/m_0c$, где p_z – поперечная компонента импульса электронно-позитронной пары; m_0 – масса покоя электрона; c – скорость света в вакууме. Поскольку позитрон в образце термализован, то величина θ определяется импульсом аннигилирующего электрона. Таким образом, спектр УКАИ описывает распределение аннигилирующих электронов по импульсам. Подробно процедура обработки спектров УКАИ изложена в [9].

При захвате позитронов вакансионными дефектами или дислокациями происходят изменения в форме спектров УКАИ, поскольку электронная структура дефектов отличается от электронной структуры сплава. Эти изменения характеризуются стандартным S -параметром, величина которого определяется как отношение площади под низкоимпульсной ($p_z \leq 3 \cdot 10^{-3} m_0c$) частью спектра к полной площади под спектром. Низкоимпульсная область спектра соответствует аннигиляции позитронов с валентными электронами. Изменения спектра УКАИ в этой области и, соответственно, S -параметра определяются концентрацией центров захвата позитронов следующим образом:

$$S = \frac{\lambda_f S_f + \mu_j C_0 S_j}{\lambda_f + \mu_j S_j}$$

где λ_f – скорость аннигиляции позитронов в свободном (блоховском) состоянии; μ_j – скорость захвата позитронов дефектами j -типа (вакансионного типа или дислокациями); C_0 – концентрация вакансионных дефектов либо плотность дислокаций; S_f и S_j – значения S -параметра, характеризующие аннигиляцию позитронов из свободного и захваченного дефектами j -типа состояния соответственно.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Холодная пластическая деформация

На рис. 1 представлены зависимости S -параметра от степени пластической деформации $\Delta d/d$ для чистого никеля и сплавов Fe-Ni и Fe-Ni-Ti (d -толщина образца до прокатки). Никель использовался в качестве модельного материала, поскольку поведение структурных дефектов после деформации в нем хорошо изучено [1, 2, 10]. Данные для никеля были взяты из [10].

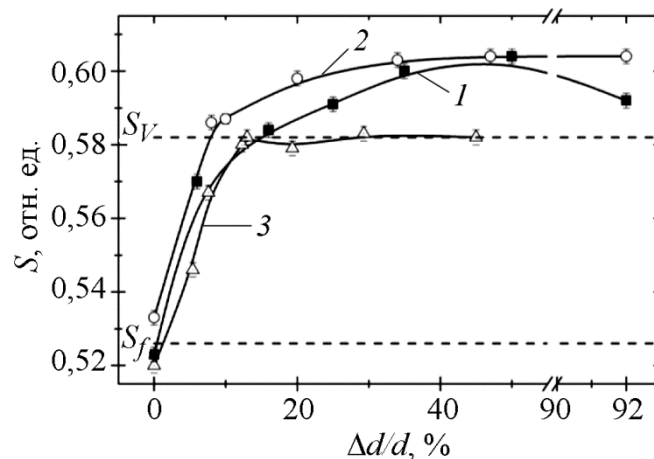


Рис. 1. Зависимость S -параметра от степени деформации $\Delta d/d$ для никеля и сплавов:
1 – сплав Fe-Ni; 2 – сплав Fe-Ni-Ti; 3 – никель

В исходном состоянии (до деформации) значения S -параметра для никеля и сплавов практически совпадают, что указывает на близость их электронной структуры. Следует отметить, что концентрация закаленных вакансий в аустенитных сплавах вследствие низкой их теплопроводности после термообработки обычно находится ниже предела чувствительности ПАС. Поэтому величины S -параметра до деформации соответствуют значению параметра аннигиляции позитронов из свободного состояния S_f .

С ростом степени деформации наблюдается рост S -параметра для всех образцов, что связано с захватом позитронов образующимися при деформации дефектами. При $\Delta d/d \approx 15\%$ рост S -параметра для Ni прекращается и его значение выходит на плато. Такое плато связано с эффектом насыщения по концентрации дефектов. При деформации, как известно, происходит интенсивное образование, как дислокаций, так и вакансий. В [1, 2] было показано, что при комнатной температуре в никеле вакансии неподвижны и не образуют комплексов. Таким образом, в никеле после деформации присутствуют два типа центров захвата позитронов – дислокации и моновакансии. Как показали исследования [2, 10], в никеле после деформации до степеней выше 10 % позитроны захватываются преимущественно моновакансиями, поскольку энергия связи позитронов с вакансиями ($\approx 2,6$ эВ) на порядок выше, чем энергия связи с дислокациями ($\approx 0,1-0,3$ эВ). Таким образом, величина S -параметра на плато, обозначенная как S_V , соответствует значению S -параметра (S_j , выражение) для моновакансий.

Для сплавов, в отличие от никеля, значение S -параметр продолжает расти выше S_V . Как показал анализ данных для сплавов, деформированных на 92 % [6], более высокое значение S -параметра для сплавов по сравнению с S_V связано с тем, что в них при деформации образуются вакансионные дефекты иного типа, чем моновакансии, а именно вакансионные кластеры трехмерной конфигурации (ВК). С увеличением расстояния от центра локализации позитронов до электронов ионных остовов уменьшается вероятность их взаимной аннигиляции и увеличивается вероятность аннигиляции позитронов с валентными электронами. В результате этого скорость счета в области малых значений импульса p_z и, соответственно, величина S -параметра, возрастают. Поэтому для ВК величина S_j будет выше, чем для моновакансий. При этом S_j увеличивается при увеличении среднего размера кластеров, захватывающих позитроны. Образование ВК в процессе деформации свидетельствует о том, что уже при комнатной температуре вакансии в сплавах подвижны.

Следует отметить, что в сплаве с титаном с ростом степени деформации S -параметр увеличивается интенсивнее, чем в сплаве без титана. Из этого следует, что концентрация образовавшихся ВК в сплаве с титаном превышает концентрацию ВК в сплаве без титана, т. е. титан усиливает накопление вакансионных дефектов. При этом при $\Delta d/d = 50\%$ S -параметр в обоих сплавах выходит на один уровень. Поскольку накопление ВК с ростом степени деформации в сплаве Fe-Ni-Ti происходит более интенсивно, чем в сплаве Fe-Ni, следует предположить, что концентрация ВК, образовавшихся после деформации на 50 % и, соответственно, величина S -параметра в сплаве с титаном должны быть выше, чем в сплаве без титана. Равенство значений S -параметра для сплавов свидетельствует о том, что при данной степени деформации величина S -параметра достигла наибольшего значения для данного типа дефектов, т.е. наступило насыщение по концентрации ВК. Из этого равенства следует, также, что средний размер образовавшихся вакансионных кластеров в обоих сплавах совпадает.

С увеличением степени деформации до 92 % величина S -параметра для сплава Fe-Ni снижается. Следует отметить, что образцы сплавов после деформации на 92 % выдерживались при комнатной температуре в течение 2200 ч. Спад S -параметра связан с тем, что здесь в процессе выдержки снизилась концентрация ВК. В то же время для сплава Fe-Ni-Ti величины S -параметров и, соответственно, концентрация ВК не меняются. Этот эффект еще раз свидетельствует о том, что вакансии в данных сплавах подвижны уже при комнатной температуре. В то же время титан не только усиливает накопление вакансионных дефектов при деформации, но и стабилизирует их структуру. Титан в сплаве является надразмерной примесью. Как известно, такие примеси эффективно взаимодействуют с вакансиями с образованием комплексов вакансия-атом примеси. При низких температурах эти комплексы неподвижны или малоподвижны и являются центрами зарождения вакансионных кластеров, поскольку могут захватывать мигрирующие вакансии [10, 11]. Кроме того, благодаря образованию таких комплексов подавляется свободная миграция и отжиг вакансий на стоках. Таким

образом, титан усиливает накопление вакансионных дефектов при низких температурах, что и наблюдается при пластической деформации.

3.2. Отжиг после деформации

При исследовании деформированных образцов вклады от дефектов вакансионного типа и дислокаций обычно разделяют с помощью процедуры отжига. Известно [12], что вакансии начинают мигрировать к стокам (поверхность, границы зерен, дислокации) или образовывать вакансионные кластеры при температурах более низких, чем требуемые для рекристаллизации. На рис. 2 представлены результаты изохронного отжига образцов сплава Fe-Ni после деформации до различных значений $\Delta d/d$. Здесь же представлены данные для чистого никеля, деформированного на 45 %.

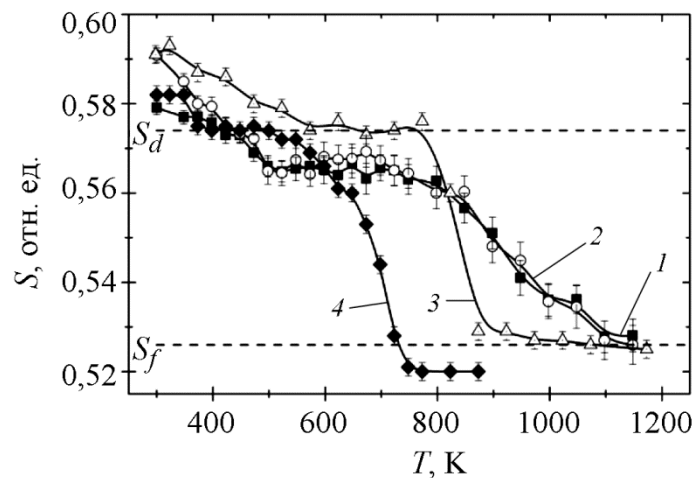


Рис. 2. Зависимость S -параметра от температуры изохронного отжига для никеля и сплава Fe-Ni с различной степенью предварительной деформации $\Delta d/d$: 1 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 20\%$); 2 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 56\%$); 3 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 92\%$); 4 – никель

Начало миграции и отжиг вакансий в Ni начинаются при температурах выше 350 K [1]. Как представлено на рис. 2, в деформированном Ni выше 350 K S -параметр падает и выходит на плато при 370 K. Вакансии в деформированном никеле полностью отжигаются при этой температуре, а дислокационная структура практически не меняется [1, 2]. Поэтому величина S -параметра на плато определяется аннигиляцией позитронов в захваченном дислокациями состоянии. Как известно, для степени деформации 45 % плотность дислокаций в никеле $\rho_d \geq 10^{15} \text{ м}^{-2}$ [12], что превышает уровень насыщения S -параметра по плотности дислокаций [5]. Таким образом, величина S -параметра на плато ($0,574 \pm 0,002$) соответствует величине S_d – значению параметра S_j для дислокаций. При температурах выше 550 K S -параметр снижается до исходного значения S_f в результате рекристаллизации.

Для деформированных сплавов Fe-Ni, также как и для Ni, наблюдаются две стадии возврата S -параметра. На первой стадии происходит отжиг ВК, который заканчивается при ≈ 500 K для сплавов, деформированных на 20 % и 56 % и при ≈ 580 K для сплава, деформированного на 92 %. После отжига ВК S -параметр для сплава с $\Delta d/d = 92\%$, как и в случае Ni, выходит на величину S_d , которая соответствует уровню насыщения S -параметра по дислокациям для никеля. Отсюда следует, что аннигиляционные характеристики (μ_d, S_d) для дислокаций в Fe-Ni совпадают с аналогичными для никеля ($\mu_d = 1,2 \cdot 10^4 \text{ м}^2/\text{с}$, $S_d = 0,574 \pm 0,002$). Для двух других сплавов значение S -параметра на плато лежит несколько ниже ($0,566 \pm 0,002$). В этих сплавах при отжиге вакансионных дефектов могла произойти частичная рекристаллизация, обусловленная переползанием дислокаций вследствие захвата ими вакансий [12, 13]. Более низкое зна-

чение S -параметра на дислокационном плато может также объясняться различием в дислокационной структуре, образовавшейся при деформации, и особенностями взаимодействия позитронов с дислокациями. Согласно модели захвата позитронов дислокациями [5] позитрон аннигилирует не на ядре дислокации, а в более глубоких ловушках, которыми являются связанные с дислокацией вакансии или ступеньки. При сильной деформации в сплаве формируется ячеистая структура. При этом в стенках ячеек возникают сплетения дислокаций. В результате возникновения большого количества ступенек, образующихся при пересечении дислокаций в сплетениях, в сплаве, деформированном на 92 %, чувствительность позитронов к дислокациям будет выше, чем в сплавах с меньшей степенью деформации и с более равномерным распределением дислокаций.

Начало рекристаллизации в сплавах Fe-Ni смещается в область высоких температур (до ≈ 800 К) по сравнению с чистым никелем, что согласуется с существующими в литературе представлениями [13]. После отжига дислокаций в результате рекристаллизации S -параметр выходит на исходное значение S_f . Следует отметить, что в сплавах, деформированных на 20 % и 56 %, рекристаллизация заканчивается при температуре ≈ 1100 К, тогда как в сплаве, деформированном на 92 %, дислокации отжигаются уже при $T \approx 900$ К. Такое различие в процессах рекристаллизации также может быть обусловлено особенностями дислокационной структуры. На рис. 3 представлены результаты изохронного отжига образцов сплава Fe-Ni-Ti после деформации на различных значений $\Delta d/d$.

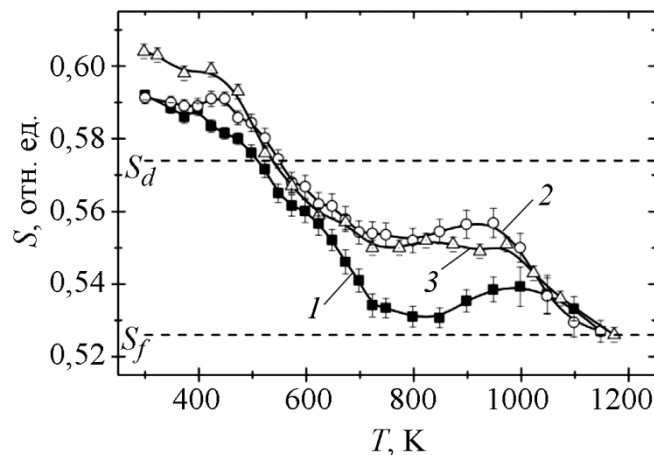


Рис. 3. Зависимость S -параметра от температуры изохронного отжига для сплава Fe-Ni-Ti с различной степенью предварительной деформации $\Delta d/d$: 1 – $\Delta d/d = 20$ %; 2 – $\Delta d/d = 47$ %; 3 – $\Delta d/d = 92$ %

Как видно из рис. 3, для всех образцов сплава Fe-Ni-Ti в процессе отжига в диапазоне температур 300–400 К S -параметр меняется слабо. Интенсивный отжиг ВК в Fe-Ni-Ti начинается при более высокой температуре (≈ 450 К) по сравнению с Fe-Ni (≈ 320 К). Все это еще раз свидетельствует о том, что титан усиливает термическую стабильность ВК. Благодаря образованию комплексов вакансии – атом титана в сплаве в процессе деформации формируются трехмерные ВК, декорированные атомами титана, которые являются термически более стабильными, чем «чистые» ВК. Поэтому их отжиг в сплаве Fe-Ni-Ti происходит при более высокой температуре, чем в сплаве Fe-Ni.

При температурах выше 700 К S -параметр выходит на плато, обусловленное захватом позитронов дислокациями. Следует отметить, что величина S -параметра для образцов сплава на плато находится значительно ниже уровня S_d . Как было показано нами в [6], в этом сплаве освобожденные в результате диссоциации ВК вакансии могут перезахватываться атомами титана с образованием комплексов титан-вакансия, подвижными при температурах 450–

750 К. Эти комплексы обеспечивают ускоренную диффузию и сегрегацию титана на дислокациях. При этом в случае, когда концентрация атомов Ti вблизи дислокаций превышает предел растворимости, происходит гетерогенное зарождение интерметаллидных частиц Ni₃Ti. Частицы выделений, присутствующие на дислокациях, препятствуют движению позитрона вдоль дислокационной линии и захвату их глубокими ловушками, в результате чего резко снижается чувствительность позитронов к дислокациям. При этом, как видно из рис. 3, наибольший эффект наблюдается для образца сплава, деформированного на 20 %. Это может быть обусловлено как более низкой плотностью дислокаций, так и меньшим количеством глубоких ловушек для позитронов, присутствующих в данном образце. Следует отметить, что согласно проведенным нами исследованиям [6] сами выделения Ni₃Ti не влияют непосредственно на аннигиляционные характеристики.

Следует также отметить, что в образцах, деформированных на 20 % и 47 %, при температурах выше 850 К наблюдается рост S -параметра. В сплаве Fe-Ni-Ti, отожженном на твердый раствор, при этих температурах происходит распад твердого раствора и термически-индуцированное образование интерметаллидных выделений. В деформированных сплавах, по-видимому, происходит укрупнение выделений, присутствующих на дислокациях, за счет растворения наиболее мелких частиц выделений и увеличение размера остальных частиц. При этом плотность выделений снижается, вследствие чего чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Спад S -параметра до величины S_f в образцах сплава Fe-Ni-Ti происходит в диапазоне температур 1000–1200 К, т. е. начало высокотемпературной стадии отжига смещается на ≈ 200 К в область больших температур по сравнению со сплавом Fe-Ni. Частицы Ni₃Ti закрепляют дислокации, что и приводит к задержке рекристаллизации, хорошо известному для стареющих сплавов эффекту [13].

4. Заключение

Методом позитронной аннигиляционной спектроскопии изучена эволюция дефектной структуры Fe-Ni сплавов при пластической деформации и последующем изохронном отжиге. Результаты работы показали следующее.

1. Атомы титана взаимодействуют с вакансионными дефектами, усиливая накопление дефектов вакансионного типа, образующихся при деформации, и их термическую стабильность.

2. В процессе отжига вакансионных дефектов в сплаве Fe-Ni-Ti образуются подвижные комплексы вакансии – атом титана. Миграция этих комплексов приводит к сегрегации титана на стоках и гетерогенному зарождению частиц интерметаллидных выделений Ni₃Ti.

3. Частицы Ni₃Ti закрепляют дислокации, что приводит к задержке начала рекристаллизации по сравнению со сплавом Fe-Ni.

4. Частицы выделений, присутствующие на дислокациях, подавляют захват позитронов дислокациями. Этот эффект существенно зависит от дислокационной структуры, присутствующей в сплавах.

5. При температурах выше 850 К происходит укрупнение частиц выделений благодаря термически-индуцированному старению. В результате этого чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин» № 01201463330) при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-02-00270).

Литература

1. Dlubek G., Brummer O., Hensel E. Positron-annihilation investigation for an estimation of dislocation density and vacancy concentration of plastically deformed polycrystalline Ni of different purity // *Physica Status Solidi A-Applied Research*. – 1976. – Vol. 34, no. 2. – P. 737–746. – DOI: 10.1002/pssa.2210340239.
2. Impurity-induced vacancy clustering in cold-rolled nickel alloys as studied by positron annihilation techniques / G. Dlubek, R. Krauser, O. Brummer, Z. Michno, T. Gorecki // *Journal of Physics F: Metal Physics*. – 1987. – Vol. 17, no. 1. – P. 1333–1347. – DOI: 10.1088/0305-4608/17/6/008.
3. Grafutin V. I., Prokop'ev E. P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies. – *Phys. Usp.* – 2002 – Vol. 45, no. 1. – P. 59–74. – DOI: 10.1070/PU2002v045n01ABEH000971.
4. Seeger A., Banhard F. Defect studies by positron annihilation – technique, achievement, problems, perspectives // *Helvetica Physica Acta*. – 1990. – Vol. 63. – P. 403–428.
5. Sensitivity of positron annihilation to plastic deformation / T. Wider, S. Hansen, U. Holzwarth, K. Maier // *Physical Review B*. – 1998. – Vol. 57, no. 9. – P. 5126–5139. – DOI: 10.1103/PhysRevB.57.5126.
6. Positron annihilation study of the microstructure evolution in deformed Fe-Ni austenitic alloys containing titanium / V. L. Arbuzov, A. P. Druzhkov, N. L. Pecherkina, S. E. Danilov, D. A. Perminov, V. V. Sagaadze // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2001. – Vol. 92, no 1. – P. 70–76.
7. Druzhkov A. P., Perminov D. A. Positron annihilation studies of microstructural changes in cold-worked Fe–Ni-base aging alloys // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – Vol. 527. – P. 3877–3885. – DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.083.
8. Eldrup M., Singh B. N. Studies of defects and defect agglomerates by positron annihilation spectroscopy // *Journal of Nuclear Materials*. – 1997. – Vol. 251. – P. 132–138. – DOI: 10.1016/S0022-3115(97)00221-3.
9. Druzhkov A. P., Perminov D. A., Pecherkina N. L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy // *Philosophical Magazine*. – 2008. – Vol. 88. – P. 959–976. – DOI: 10.1080/14786430802014670.
10. Study of defect annealing in plastically deformed nickel by positron annihilation method / A. P. Druzhkov, S. M. Klotsman, V. G. Pushin, E. I. Likhodeevskaya // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1987. – Vol. 64, no 3. – P. 525–532.
11. Druzhkov A. P., Arbuzov V. L., Perminov D. A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys // *Journal of Nuclear Materials*. – 2005. – Vol. 341. – P. 153–163. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.
12. Ван-Бюрен Х. Г. Дефекты в кристаллах / пер. с англ. под ред. А. Н. Орлов, В. Р. Регель. – М. : Изд-во иностр. лит., 1962. – 584 с.
13. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – 3-е изд., перераб и доп. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с. – ISBN 5-87623-103-7.