

INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ
im. H. Niewodniczańskiego
Kraków.



PL9700381

INP

RAPORT NR 1722/PS

BADANIA WARSTWY WIERZCHNIEJ METODĄ
ANIHILACJI POZYTONÓW

J. DRYZEK, T. STEGEMANN, B. CLEFF

KRAKÓW 1996

A

WYDANO NAKŁADEM
INSTYTUTU FIZYKI JĄDROWEJ
IM. HENRYKA NIEWODNICZAŃSKIEGO
KRAKÓW, UL. RADZIKOWSKIEGO 152

Badania Warstwy Wierzchniej Metodą Anihilacji Pozytonów.

J.Dryzek, T.Stegemann^{*}, B.Cleff^{*}

Streszczenie

Celem przedstawionego raportu jest zaprezentowanie badań warstwy wierzchniej powstałej podczas tarcia w próbkach Cu, przeprowadzonych metodą anihilacji pozytonów. Stosując technikę pomiaru poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej określono profil wakancji w warstwie wierzchniej. Stwierdzono, że profil ten można opisać eksponentylną funkcją głębokości. Zasięg koncentracji wakancji zależał od siły, czasu i szybkości defektowania powierzchni próbki. Dla lepszego zrozumienia przez szerszy krąg czytelników przedstawiono podstawy metody anihilacji pozytonów.

Abstract

The aim of the report is a presentation of the positron annihilation studies performed on the Cu samples that surface was exposed to the friction and wear processes. Using the measurement of Doppler broadening of annihilation line, we were able to detect the profile of the vacancies in the top layers of the defected metals. It was established that one could describe the profile by a simple exponential function of the depth in all cases. The range of the vacancie concentration depth depends on the load, time and the speed of the defects creation processes on the surface of a sample. The outline of the positron annihilation method is also given.

^{*} Institut für Kernphysik, Wilhelm-Klemm-Strasse 9, 4400 Münster, Germany

1. Wstęp

Metoda anihilacji już od ponad czterdziestu laty z powodzeniem stosowana jest w badaniach materiałowych, głównie mających charakter poznawczy, podstawowy. Na sukces tej metody złożyło się szereg przyczyn, wśród których należy wymienić to, że jest to prosta eksperymentalnie metoda, nie wymagająca drogiej aparatury i wyjątkowych umiejętności eksperymentatora. Istotnym czynnikiem jest i to, że interpretacja wyników doświadczalnych jest nieskomplikowana. Obecnie posiadamy także dobrze ugruntowane teoretyczne podstawy rozumienia zarówno zachowania pozytonów jak i procesu anihilacji z elektronami w materii. Wszystko to sprzyja coraz szerszemu stosowaniu metody anihilacji pozytonów w badaniach inżynierii materiałowej.

Obecnie metoda anihilacji pozytonów jest już standardową metodą w badaniach zachowania się wakancji (braku atomu w pozycji węzłowej sieci krystalicznej), ich skupisk, lub pustek w ciałach stałych. Niewątpliwym jej sukcesem jest eksperymentalne wyznaczenie energii tworzenia wakancji dla szeregu metali i struktur krystalicznych. W eksperymentach, w których uprzednio zdefektowana próbka poddawana jest wygrzewaniu, metoda anihilacji pozytonów pozwala rejestrować kolejne stadia procesu zaniku i tworzenia defektów. Ponieważ wpływ temperatury na sam proces anihilacji pozytonu i elektronu jest zanedbywalnie mały, stąd metodę tę można stosować do badań materiałów zarówno w niskich jak i wysokich temperaturach.

Pomimo ogromnego materiału doświadczalnego zebranego w ostatnich latach oraz wielorakich zastosowań, metoda anihilacji pozytonów stosowana jest głównie w badaniach naukowych, poznawczych. Jak dotychczas niewiele jest zastosowań typowo inżynierskich, przemysłowych. Celem tej pracy jest zaprezentowanie badań metodą anihilacji pozytonów warstwy wierzchniej, powstałej w procesie tarcia, co może zainteresować praktyków. W części pierwszej tego raportu przedstawimy skrócony opis metody anihilacji pozytonów (monograficzne prace poświęcone tej metodzie, czytelnik znajdzie w pozycjach literaturowych [1-5]), w drugiej zaś przedstawione zostaną wyniki pomiarów zdefektowania warstwy wierzchniej.

2. Opis metody.

Pozyton jest antycząstką do elektronu, po spotkaniu obie cząstki ulegają anihilacji a cała ich masa zostaje zamieniona na promieniowanie elektromagnetyczne. W procesie tym z prawdopodobieństwem 99.8% produkowane są dwa kwanty gamma o energii 511,003 keV. Z niewielkim prawdopodobieństwem możliwe są procesy produkcji jednego, trzech lub więcej kwantów ale nie znalazły one jeszcze zastosowania w badaniach materiałowych. Energia kwantu gamma powstałego w procesie anihilacji dwukwantowej musi być równa masie elektronu pomnożonej przez prędkość światła w kwadracie, co jest wynikiem zgodnym z zasadą zachowania energii. Spełniona musi być także zasada zachowania pędu, czyli pęd pary pozyton-elektron musi być przejęty

przez dwa kwanty gamma. W układzie środka masy anihilującej pary dwa kwanty gamma emitowane są w dokładnie przeciwnych kierunkach - w układzie laboratoryjnym zaś obserwujemy niewielkie odchylenie od kolinearności. Odchylenie to będzie tym większe im większy jest pęd pary pozyton-elektron. Sytuację tę przedstawia Rys.1, z którego wynika, że kąt odchylenia od 180° jest równy:

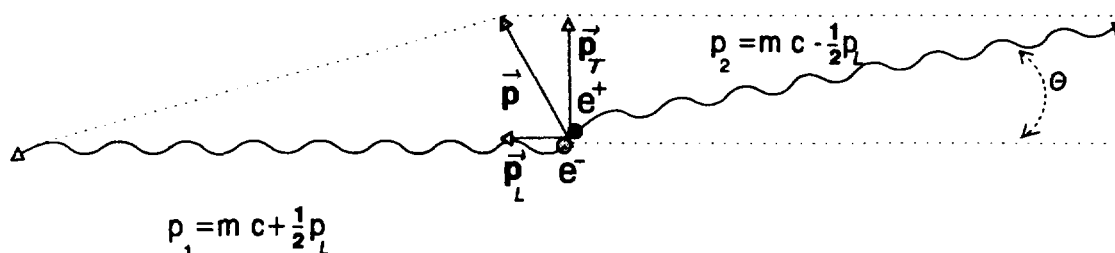
$$\Theta = \frac{p_{\perp}}{m \cdot c}, \quad (1)$$

gdzie m jest masą elektronu, c jest prędkością światła a p_{\perp} jest składową prostopadłą pędu pary pozyton-elektron. Pęd anihilujących cząstek znajduje swoje odbicie nie tylko w niekolinearnej emisji kwantów gamma, także ich energia ulega pewnej zmianie a spowodowane jest to tzw. efektem Dopplera. Energia ta zależy od wartości składowej równoległej pędu pary do kierunku emisji kwantu gamma i jest równa:

$$E_{\gamma} \cong m \cdot c^2 + E_B \pm \frac{p_{\parallel} \cdot c}{2}, \quad (2)$$

gdzie E_B jest energią wiązania pary pozyton-elektron w otoczeniu, w którym ona się znajduje.

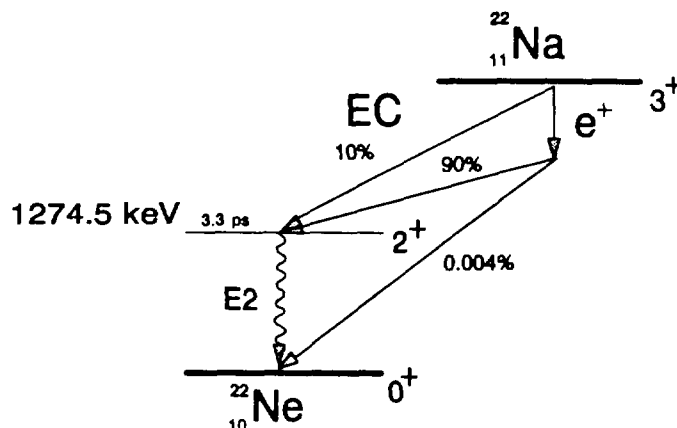
Fakt, że mierząc odchylenie od kolinearności, lub różnicę energii anihilacyjnych kwantów gamma względem 511 keV, mierzymy faktycznie pęd anihilacyjnej pary pozyton-elektron. Obie wielkości są dobrze określone przy zastosowaniu stosunkowo prostych technik pomiarowych, bezpośredni zaś pomiar pędu tej pary byłby trudny, o ile w ogóle możliwy do przeprowadzenia, zwłaszcza, gdy para ta znajduje się w ośrodku materialnym. W takim ośrodku zarówno pozyton jak i elektron są cząstkami podlegającymi prawom mechaniki kwantowej. Prześledźmy co dzieje się z pozytonem znajdującym się w ośrodku materialnym. Zanim to zrobimy najpierw należy wspomnieć skąd w ogóle bierzemy pozytony, czyli cząstkę antimaterii w laboratorium.



Rys.1 Proces anihilacji pary pozyton-elektron o pędzie p w, wyniku czego powstają dwa kwanty gamma promieniowania anihilacyjnego, każdy o energii 511 keV.

Źródłem pozytonów stosowanych w badaniach materiałowych są izotopy promieniotwórcze podlegające rozpadowi β^+ . W rozpadzie tym proton w jądrze atomowym ulega rozpadowi na neutron, pozyton i neutrino elektronowe. Pozyton jak i neutrino opuszcza jądro, maksymalna energia pozytonu emitowanego np. z jądra

^{22}Na wynosi 545 keV. W przyrodzie istnieje około 200 izotopów promieniotwórczych emitujących pozytony, ale tylko niektóre znalazły zastosowanie w praktyce laboratoryjnej. Izotopami łatwymi do otrzymania w reaktorze jądrowym są ^{60}Co i ^{64}Cu . Niemniej najczęściej stosowanym izotopem jest ^{22}Na (ma on stosunkowo długi czas rozpadu połowkowego $T_{1/2} = 2,62$ lata). Po czasie ok. 3,3 ps od emisji pozytonu emitowany jest kwant gamma o energii 1274,5 keV, który jest używany jako znacznik momentu “narodzin” pozytonu w pomiarach czasowych. Schemat rozpadu izotopu ^{22}Na przedstawia Rys.2. (Inne izotopy takie jak ^{18}F i ^{15}O , znajdują zastosowanie w tomografii pozytonowej stosowanej w badaniach medycznych.)

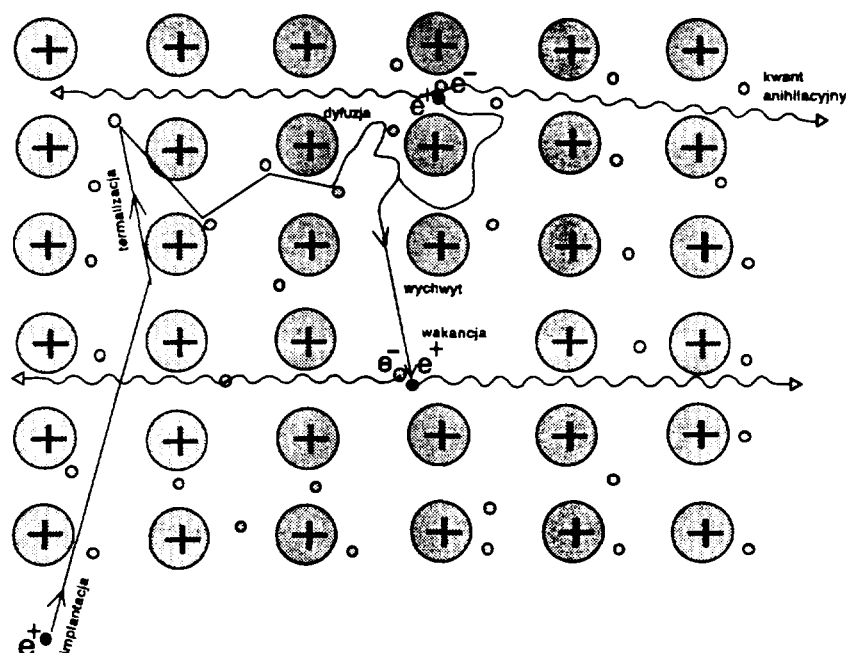


Rys.2 Schemat rozpadu izotopu ^{22}Na , stosowanego jako źródło pozytonów w badaniach materiałowych.

Pozyton emitowany w rozpadzie β^+ ma ciągłe widmo energii, oznacza to że jego energia może być w przedziale od zera do pewnej maksymalnej energii, charakterystycznej dla danego izotopu. Nie utrudnia to badań choć należy pamiętać, że pozytonu emitowanego w rozpadzie izotopu nie można implantować w określony, na pewnej głębokości obszar w próbce. Zwykle maksymalny zasięg pozytonów jest rzędu kilkudziesięciu mikrometrów i zależy głównie od gęstości materiału; odwrotność tzw. współczynnika absorpcji dla pozytonów w miedzi wynosi 27 μm . Stąd pozyton jako próbnik penetruje pewien stosunkowo duży jak na skalę atomową obszar. Należy tu wspomnieć, że od kilkunastu lat dostępne są techniki laboratoryjne pozwalające uzyskać strumień pozytonów o ściśle określonej energii co pozwala umieszczać je na określonej głębokości. W przeciwieństwie do neutronów, czy promieniowania X, wykorzystywanych z powodzeniem w badaniach materiałowych, pozyton jest cząstką naładowaną oddziaływującą z jonami w próbce. Pozwala to, jak pokazały licznie eksperymenty osiągnąć szereg nowych informacji o materiałach.

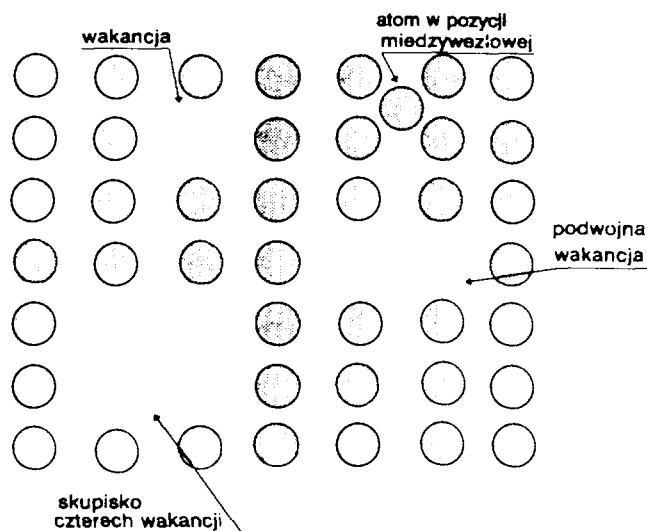
Pozyton emitowany z jądra atomowego z ogromną, jak na warunki panujące w materii energią zostaje wstrzelony (implantowany) do próbki (Rys.3). Ponieważ posiada on także i ładunek elektryczny, stąd jego oddziaływanie z otoczeniem, czyli jonami i elektronami jest bardzo silnie, słabsze zaś z fononami. W efekcie traci on posiadaną energię, by po bardzo krótkim czasie ok. 10 ps mieć już tylko energię termiczną, czyli

ok. 40 meV. Od tego momentu pozyton pozostaje w równowadze termodynamicznej z otoczeniem.



Rys. 3 Ruch pozytonu w sieci krystalicznej metalu.

Wartym podkreślenia jest fakt, że w trakcie tzw. procesu termalizacji, czyli osiągnięcia równowagi termodynamicznej nie ulega on anihilacji gdyż prawdopodobieństwo anihilacji pozytonu posiadającego dużą energię jest bardzo małe. Istotnym jest i to, że nawet po termalizacji pozyton pozostaje w ośrodku cząstką w pełni zidentyfikowaną, gdyby zastąpić pozyton elektronem, to po tak krótkim czasie elektron przestałby być rozpoznawalny na skutek oddziaływań wymiennych, którym pozyton w materii nie podlega. Będąc w równowadze termodynamicznej pozyton rozpoczyna tzw. proces błądzenia przypadkowego lub swobodnej dyfuzji. W błądzeniu przypadkowym nie przeszkadzają mu inne pozytony, gdyż z reguły pozyton w próbce jest sam, zanim zostanie do próbki wstrzelony następnym ulegnie on już anihilacji. Proces błądzenia przypadkowego trwa znacznie dłużej niż termalizacji bo ok. 100 ps - 500 ps. W tym czasie pozyton penetruje próbkę na obszarze zajęтым przez ok. 10^9 atomów, zanim ulegnie anihilacji. Ze względu na ładunek elektryczny pozyton przebywa w pozycjach międzywęzłowych i proces anihilacji kończący jego los przebiega głównie z elektronami walencyjnymi, przewodnictwa (Rys.3). Prawdopodobieństwo anihilacji pozytonu z elektronami związanymi z rdzeniem atomowym jest bardzo małe. Podczas błądzenia przypadkowego, kiedy to pozyton próbkuje znaczny obszar, mogą pojawić się miejsca, w których zostaje zaburzona gęstość elektronowa. Miejsca takie mogą przyciągać dodatnio naładowany pozyton i jeśli spełnione są dodatkowe warunki kwantowe, pozyton może zostać w nich zlokalizowany. Takimi pułapkami pozytonowymi są wakancje, inaczej luki po usuniętych z pozycji węzłowych atomach, skupiska lub aglomeraty wakancji (Rys.4), pory lub swobodne objętości, wszędzie tam gdzie gęstość ładunku elektrycznego jest mniejsza niż w otoczeniu. Nie są pułapkami dla pozytonów atomy międzywęzłowe, anihilacja pozytonu w ich obecności nie



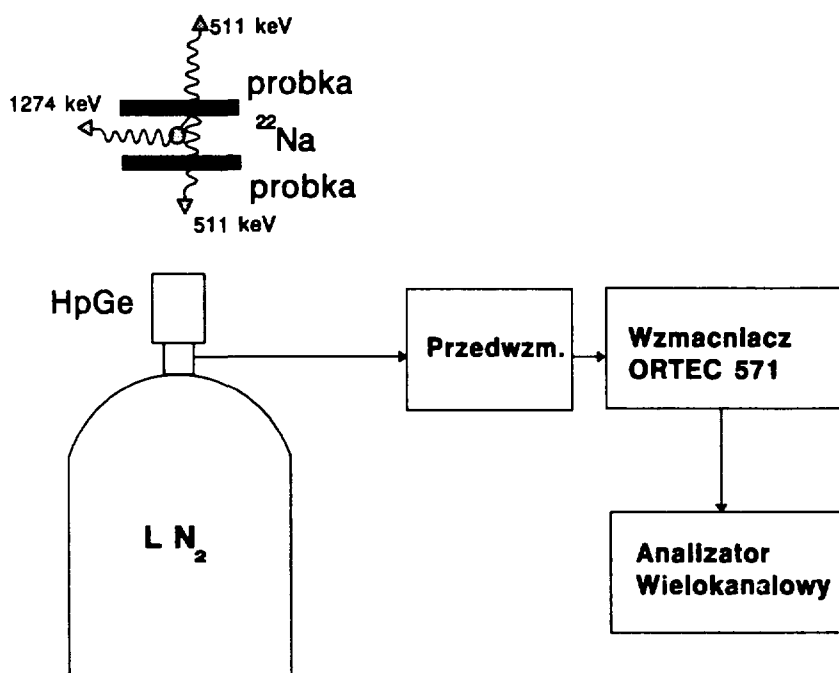
Rys.4. Defekty punktowe w sieci krystalicznej: wakancja, atom międzywęzłowy i skupiska dwu i czterech wakancji. Za wyjątkiem atomu międzywęzłowego metodą anihilacji pozytonów można stwierdzić ich obecność w zdefektowanej sieci krystalicznej.

znajduje odbicia ani w kącie Θ (1) ani w E_γ (2). W przypadku wakancji i ich skupisk gęstość elektronów w miejscu, w którym pozyton anihiluje jest mniejsza i musi to

tzn. większy jest odstęp czasu między momentem “narodzin” a momentem anihilacji, w miejscu gdzie gęstość elektronowa jest mniejsza. Obliczenia poparte bogatym materiałem eksperymentalnym pokazują, że średni czas życia pozytonu schwytanego w taką pułapkę jest proporcjonalny do jej objętości. Stąd też możliwa jest identyfikacja pojedynczych lub wielokrotnych wakancji w takich pomiarach. I tak np. w Cu, średni czas życia swobodnych pozytonów wynosi 110 ps zaś schwytanym w wakancji 158 ps. W miejscach takich elektrony mają mniejsze pędy co z kolei powoduje, że kąt Θ ze wzoru (1) będzie mniejszy, także i poszerzenie dopplerowskie linii anihilacyjnej będzie mniejsze. Jest to możliwe dzięki temu, że pęd anihilującej pary pozyton-elektron jest faktycznie pędem elektronu. Pęd stermalizowanego pozytonu jest zanedbywalnie mały w porównaniu z pędami elektronów w materii. W ten to sposób pozyton jest doskonałym próbnikiem stanów elektronowych i obecności wakancji i ich skupisk w próbce. Trzeba przy tym podkreślić dużą selektywność tej metody, co ma duże znaczenie w badaniach materiałowych.

Dla porządku warto wspomnieć, że w trakcie błądzenia przypadkowego (a w niektórych przypadkach już podczas termalizacji) pozyton wraz z napotkanym elektronem mogą utworzyć stan związany - Pozyt. Jest to tym razem neutralna cząstka składająca się z pozytonu i elektronu krążącego wokół środka masy. Promień tej cząstki jest dwukrotnie większy od promienia atomu wodoru, tj. wynosi on 0,106 nm a jej energia wiązania jest połową energii wiązania atomu wodoru i wynosi 6,8 eV. Pozyt może być w stanie singletowym, kiedy jego spin wynosi 0, lub trypletowym gdy wynosi on 1. Średni czas życia stanu singletowego, inaczej para-Pozyt, w próżni wynosi 125 ps, po czym anihiluje on na dwa kwanty gamma. Stan trypletowy, inaczej

orto-Pozyt, w próżni anihiluje na trzy kwanty gamma po czasie ok. 140ns. W przypadku gdy Pozyt ulega anihilacji w ośrodku materialnym czasy te ulegają znacznemu skróceniu a to dlatego, że pozyton anihiluje z "obcym" elektronem a nie tym, z którym jest związany. I tak orto-Pozyt anihiluje po czasie kilku - kilkunastu ns, oczywiście na dwa kwanty gamma. W przypadku para-Pozytu proces taki też jest możliwy ale niewiele skraca on już i tak krótki jego średni czas życia. Pozyt formowany jest głównie na wewnętrznych lub zewnętrznych powierzchniach i wszędzie tam gdzie istnieją sprzyjające warunki energetyczne głównie w gazach, cieczech i polimerach. W przypadku tych ostatnich tworzenie Pozytu ma miejsce w swobodnych objętościach w ich strukturze. Pomiary wskazują, że średni czas życia orto-Pozytu jest skorelowany z wielkością tych objętości. Trzeba jednak stwierdzić, że w strukturach o większym upakowaniu atomowym, jak metale i półprzewodniki, Pozyt nie powstaje.



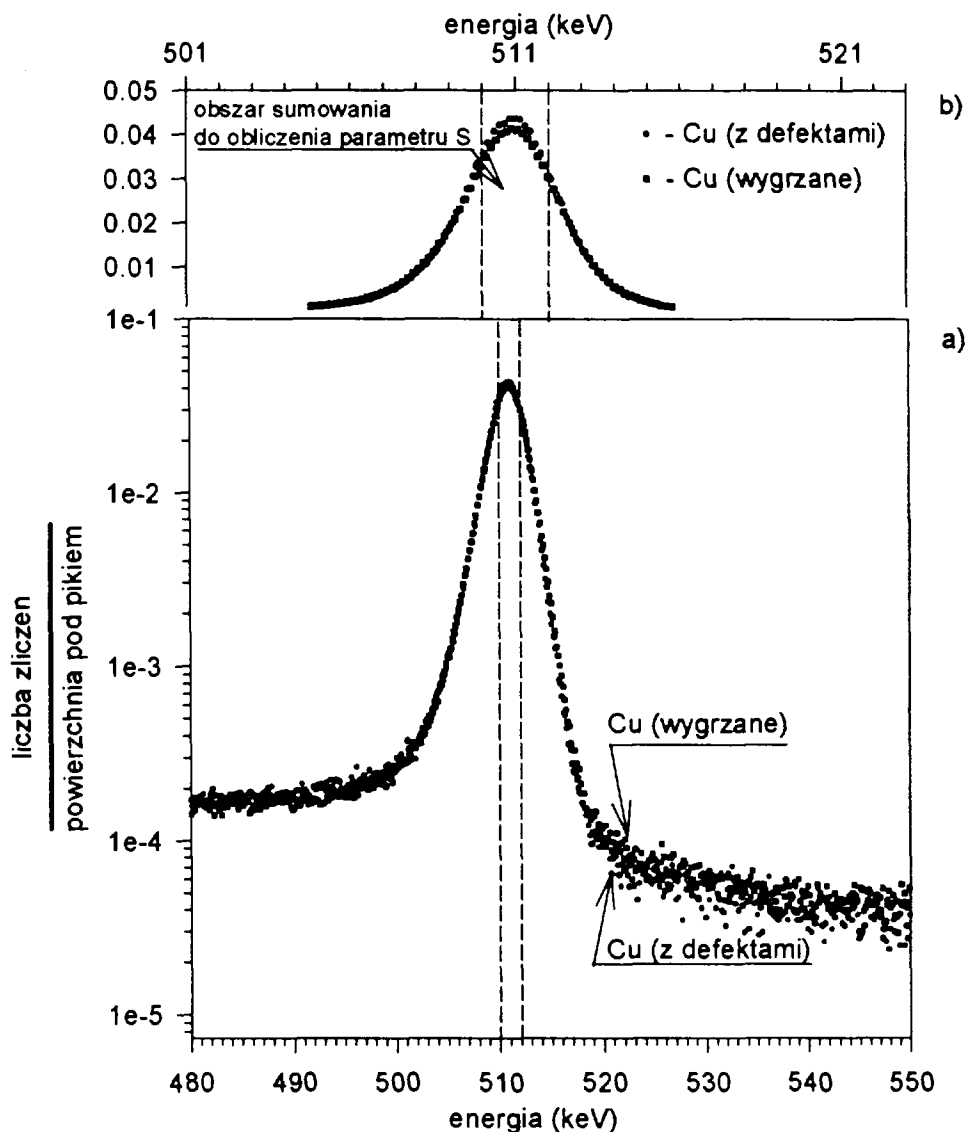
Rys. 5 Schemat typowego spektrometru do pomiaru poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej.

Powróćmy teraz do jednej z technik pomiarowych a mianowicie techniki pomiaru poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej. Jak już wspomnieliśmy, ruch anihilującej pary pozyton-elektron jest przyczyną niewielkiej zmiany energii kwantów gamma powstałych w wyniku procesu anihilacji opisanej wzorem (2). Jeśli zaniedbamy pęd pozytonu, a możemy to uczynić, bo pozyton jest stermalizowany, to pomijając energię wiązania pary E_B , energia kwantu anihilacyjnego powstałego w wyniku anihilacji dwukwantowej jako funkcja energii anihilującego elektronu E będzie wyrażona następująco:

$$E_\gamma \cong mc^2 \pm \sqrt{\frac{1}{2}mc^2 E} \quad (3)$$

Jeśli energia anihilującego elektronu wynosi np. 7 eV (energia Fermiego dla miedzi) to zmiana energii anihilacyjnego kwantu gamma wyniesie 1,34 keV zgodnie z (3). Zatem całkowite poszerzenie linii anihilacyjnej spowodowane anihilacją pozytonów w gazie swobodnych elektronów w miedzi wyniesie 2,68 keV. Energetyczna zdolność rozdzielcza detektorów germanowych o dużej czystości stosowanych obecnie jest rzędu 1÷2 keV w okolicach energii 511 keV (jest to wielkość tzw. półszerokości zwykłej linii jądrowej, określana w literaturze jako FWHM). Jak wskazują te proste rachunki, detektory takie można użyć do detekcji poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej. Ta metoda pomiarowa jest prosta i szybka. Spektrometr pomiarowy składa się z detektora germanowego o dużej czułości, przedwzmacniacza, wzmacniacza i analizatora wielokanałowego, który zbiera widmo energetyczne impulsów a w konsekwencji kwantów gamma (Rys.5). Brak układów koincydencyjnych pozwala stosować źródła pozytonów np. ^{22}Na o aktywności kilkunastu μCi . Metoda ta jest obecnie szeroko stosowana do detekcji wakancji i ich skupisk w metalach i innych materiałach. Jak już wspomniano, pozytony zostają schwytane przez wakancje, we wnętrzu których koncentracja elektronów jest mniejsza, a w konsekwencji mają one mniejsze pędy. Anihilacja pozytonu z takimi właśnie elektronami powoduje poszerzenie linii anihilacyjnej, ale odpowiednio mniejsze niż miałyby to miejsce w przypadku anihilacji z elektronami walencyjnymi lub elektronami rdzenia. Dla próbek o niewielkiej koncentracji wakancji, część pozytonów będzie lokalizowana we wnętrzu wakancji część zaś będzie anihilować ze stanu swobodnego z elektronami walencyjnymi. Niemniej generalnie tendencja jest taka, że im bardziej zdefektowana jest próbka, tym mniejsze jest poszerzenie dopplerowskie linii anihilacyjnej. Aby opisać zachowanie się pozytonów w takich próbkach, należy posłużyć się tzw. modelem wychwytu. Przed tym jednak zdefiniujemy parametr fizyczny, który pozwala scharakteryzować poszerzenie dopplerowskie linii anihilacyjnej dla naszych potrzeb.

Linie anihilacyjną trudno opisać jakąś konkretną analityczną zależnością. W przypadku linii promieniowania gamma emitowanego z jądra atomowego, jej kształt można opisać przy pomocy krzywej Gaussa wynikający ze skończonej zdolności rozdzielczej detektora. W przypadku linii anihilacyjnej kształt jest wyznaczany przez zdolność rozdzielczą detektora, gęstość elektronową, strukturę pasmową, w której następuje proces anihilacji i skomplikowany proces oddziaływania pozytonu z otaczającymi go elektronami. Aby wykonać obliczenia prowadzące do opisu linii anihilacyjnej, należy posłużyć się zaawansowanymi rachunkami z mechaniki kwantowej, co niejednokrotnie jest bardzo trudnym zadaniem. Powoduje to, że zaniechano na obecnym etapie opisu krzywej anihilacyjnej jakąś określoną zależnością w rodzaju krzywej Gaussa, zadowolając się obliczeniem udziałów anihilacji pozytonów z elektronami o niskich i wysokich pędach. Na linii anihilacyjnej wydziela się część centralną o pewnej szerokości i oblicza pole powierzchni w tej części. Stosunek tego pola do całkowitego pola powierzchni pod linią anihilacyjną definiuje tzw. parametr S , Rys.6. Przed obliczeniami musimy odjąć tło pod linią, które w najprostszym przypadku może być linią prostą, choć poprawniej byłoby użyć funkcji schodkowej np. funkcji Heaviside'a [6]. Wydzielona część centralna z reguły ma pole takie by wartość parametru S była w pobliżu 0,5. Zedefiniowany w ten sposób parametr określa nam udział par pozyton-elektron o niskich pędach. Jego wartość jest arbitralna, niemniej, jeśli ustalimy część centralną i obliczenia przeprowadzimy dla pomiarów określonej serii próbek, to wartość parametru S może wskazać na szereg zjawisk zachodzących



Rys.6 Linia anihilacyjna mierzona przy pomocy detektora germanowego (Rys.5) dla pozytonów anihilujących w próbce miedzi wygrzanej i zdefektowanej przez prasowanie a). Liczby zliczeń w poszczególnych kanałach zostały unormowane do całkowitej powierzchni pod linią. W części b) powiększony (w liniowej skali) obszar tuż przy wierzchołku, pokazujący że dla próbki z defektami więcej pozytonów anihiluje z elektronami o niskich pędach. Liniami pionowymi, przerywanymi zaznaczono obszar sumowania do obliczenia parametru S .

w mierzonych próbkach. Z reguły parametr S jest wielkością bardzo czułą na obecność wakacji i ich skupisk. Im większa jest jego wartość tym większa jest koncentracja takich defektów. Niemniej na wartość tego parametru wpływ także anihilacja pozytonów nie związanych w defektach. Zatem mierzony parametr S jest

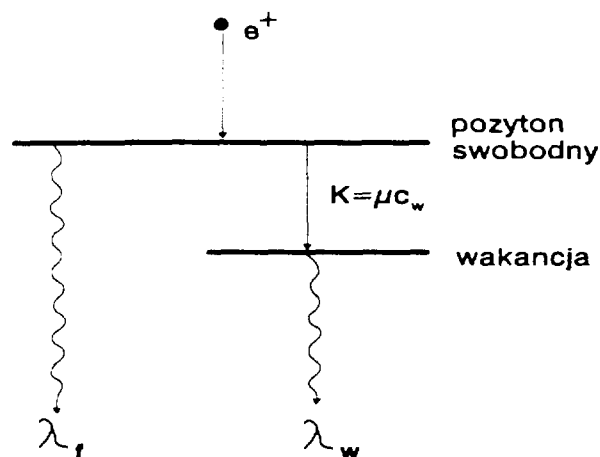
ważoną sumą przyczynków od poszczególnych stanów, w których możliwa jest anihilacja pozytonu:

$$S = \alpha_w \cdot S_w + \alpha_f \cdot S_f, \quad (4)$$

gdzie S_w jest wartością parametru S otrzymanego gdy pozyton anihilując jest zlokalizowany w wakancji, S_f zaś gdy anihiluje on znajdując się w pozycji międzywęzłowej, jako swobodny, α_w to prawdopodobieństwo anihilacji pozytonu w wakancji a $\alpha_f = 1 - \alpha_w$, jest prawdopodobieństwem anihilacji w stanie swobodnym. Wartości S_w , S_f można policzyć, ale tylko przy użyciu zaawansowanych rachunków mechaniki kwantowej, znacznie łatwiej można obliczyć wielkości: α_w i α_f korzystając z tzw. modelu wychwytu. Model ten zakłada, że wszystkie pozytony anihilując są stermalizowane, zaś szybkość wychwytu pozytonów przez wakancje jest wprost proporcjonalna do ich koncentracji:

$$K = \mu \cdot c_w \quad (5)$$

gdzie współczynnik μ jest tzw. wydajnością na szybkość wychwytu pozytonów przez wakancje (jego wartość np. dla Cu wynosi około $1,3 \cdot 10^{14}$ 1/s), określoną przez przekrój czynny na ten proces, c_w jest koncentracją wakancji. Pozytony podczas procesu błędzenia przypadkowego niekoniecznie muszą ulec schwytniu przez wakancje, część z nich anihiluje w stanie swobodnym, a szybkość tego procesu określamy przez λ_f (Rys.7).



Rys.7 Schematyczne przedstawienie modelu wychwytu pozytonów opisanego w tekście.

Odwrotność tej wielkości jest średnim czasem życia pozytonu w stanie swobodnym. Ilość pozytonów anihilujących w stanie swobodnym i związanym opisana jest następującym układem równań różniczkowych:

$$\begin{cases} \frac{dn_f}{dt} = -(\lambda_f + K) \cdot n_f \\ \frac{dn_w}{dt} = K \cdot n_f - \lambda_w \cdot n_w \end{cases}, \quad (6)$$

gdzie n_f jest liczbą swobodnych pozytonów a n_w liczbą pozytonów schwytanych w wakancjach zaś λ_w jest szybkością anihilacji pozytonu w wakancji, odwrotność tej wielkości jest średnim czasem życia pozytonu w wakancji. Zgodnie z wcześniejszym założeniem dla chwili $t=0$, $n_f = N$, i $n_w = 0$, gdzie N oznacza tu liczbę wszystkich pozytonów, które uległy anihilacji w próbie podczas pomiaru. Rozwiązanie tego układu równań z takimi warunkami początkowymi prowadzi do następujących wyrażań :

$$\begin{aligned} n_f(t) &= N \cdot e^{-(\lambda_f + K)t}, \\ n_w(t) &= \frac{N \cdot K}{\lambda_w - \lambda_f - K} (e^{-(\lambda_f + K)t} - e^{-\lambda_w t}). \end{aligned} \quad (7)$$

Teraz już łatwo obliczyć prawdopodobieństwa anihilacji pozytonu ze stanu swobodnego i związanego w wakancji:

$$\begin{aligned} \alpha_f &= \frac{1}{N} \int_0^\infty dt \cdot \lambda_f \cdot n_f(t) = \frac{\lambda_f}{\lambda_f + K} \\ \alpha_w &= \frac{1}{N} \int_0^\infty dt \cdot \lambda_w \cdot n_w(t) = \frac{K}{\lambda_f + K} \end{aligned}, \quad (8)$$

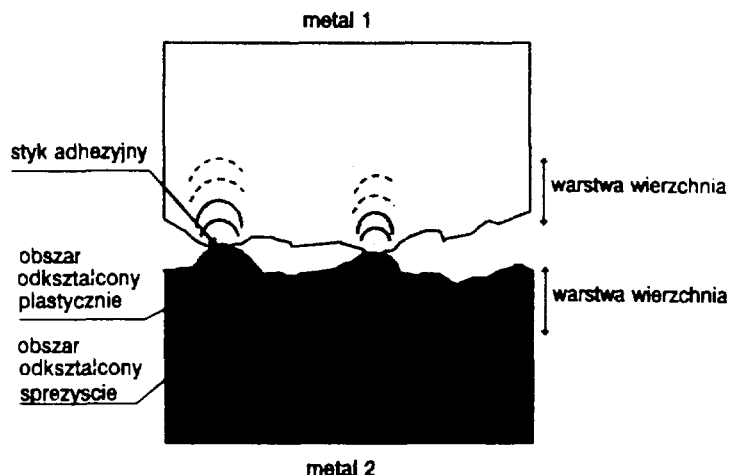
Podstawiając ten wynik do wzoru (4) otrzymujemy:

$$S = \frac{\lambda_f \cdot S_f + K \cdot S_w}{\lambda_f + K}. \quad (9)$$

Jeśli K jest funkcją koncentracji wakancji (5) to i parametr S jest także jej funkcją. Jakakolwiek jej zmiana będzie odzwierciedlona, zgodnie z (9) w zmianie parametru S . Mierzac parametr S i znając uprzednio wartości λ_f , S_w , S_f i μ potrafimy wyznaczyć bezwzględną wartość koncentracji wakancji. Czułość metody anihilacji pozytonów na detekcję wakancji zależy od wartości wydajności wychwyty pozytonów, niemniej dla metali jest ona na tyle duża (ok. 10^{14} 1/s) aby za pomocą współczesnych detektorów germanowych zapewnić wykrywalność wakancji na poziomie 10^{-7} . Tak duża czułość nie jest osiągalna za pomocą innych metod pomiarowych.

3. Detekcja warstwy wierzchniej przy pomocy metody anihilacji pozytonów.

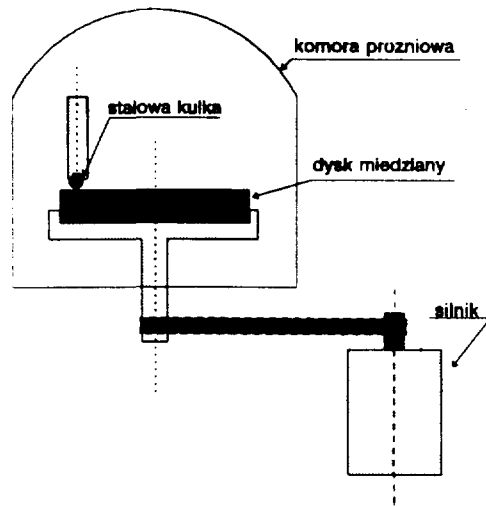
Zjawiska tarcia jak i zużycia metali mają ogromne znaczenie praktyczne. Poznanie ich mechanizmów w skali atomowej jest ciągle mało zaawansowane, stąd potrzeba zaangażowania w tych badania nowych metod badawczych jest bardzo pożądana. Metoda anihilacji pozytonów może przyczynić się do lepszego zrozumienia zwłaszcza zjawiska zużycia, choć zastosowanie techniki wiązki pozytonów może być pomocne dla lepszego zrozumienia zjawiska tarcia.



Rys.8 Schemat styku dwu metali z zaznaczonym obszarem powstania warstwy wierzchniej.

Jeśli dwa kawałki metalu pozostają ze sobą w kontakcie ślizgowym, to rzeczywista powierzchnia ich wzajemnego styku jest wielokrotnie mniejsza od powierzchni tych kawałków (Rys.8). Ich wzajemny kontakt ma miejsce tylko w obszarze tzw. styków adhezyjnych, gdzie dochodzi do oddziaływań w skali atomowej. To właśnie w obszarze tych styków powstaje siła tarcia, tam też metale ulegają uszkodzeniu. W obszarze styku adhezyjnego metale odkształcają się plastycznie, na tyle by przenieść siły nacisku, głębiej zaś odkształcają się elastycznie (Rys.8). Zatem tuż pod powierzchnią ślizgających się metali tworzy się obszar wyraźnie odkształcony, który nazywany jest warstwą wierzchnią. Warstwa wierzchnia to określona grubością warstwa metalu lub innego tworzywa zalegająca pod powierzchnią roboczą charakteryzująca się innymi własnościami mechanicznymi, fizycznymi i chemicznymi niż rdzeń materiału [7]. Warstwa wierzchnia nie jest jednolita, składa się ona z szeregu stref, są nimi, idąc od powierzchni: strefa adsorbowanych cząstek polarnych, wody, gazów i tlenków w przypadku metalu, strefa ta może rozciągać się na głębokość kilkunastu nanometrów. Poniżej zalega strefa zdefektowanych krystalitów do głębokości ok. kilku mikrometrów. Pod nią mamy strefę odkształconych plastycznie i stekstrowanych krystalitów, głębiej jest strefa odkształconych plastycznie i poniżej strefa odkształconych elastycznie krystalitów. Z reguły, przedstawiony tu układ stref zależy od konkretnego przypadku i warunków tworzenia warstwy wierzchniej. Ponieważ warstwa wierzchnia jest zdefektowana, powstają tam defekty takie jak wakancje, dyslokacje, lub nawet skupiska wakancji, zatem można ich obecność i ewentualnie rozkład stwierdzić za pomocą metody anihilacji pozytonów.

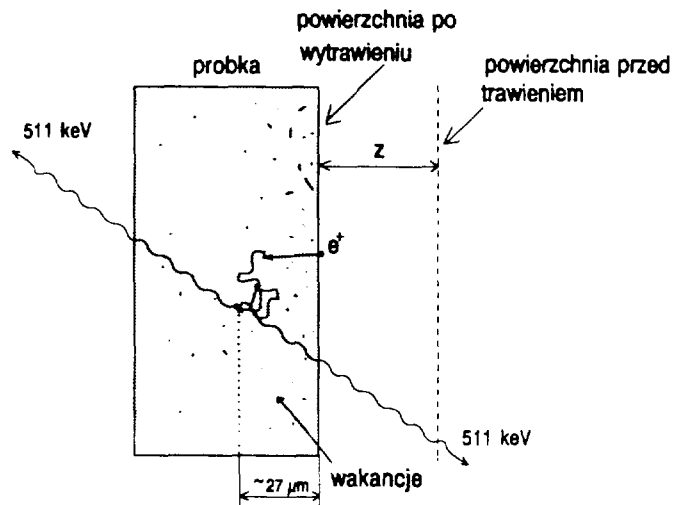
Do badania warstwy wierzchniej przy pomocy metody anihilacji pozytonów zastosowano próbki czystej technicznie miedzi defektowanej na stanowisku do badań trybometrycznych typu "pin on disc"(Rys.9). Uprzednio jednak próbki starannie wygrzano, usuwając z niej defekty przez długotrwałe przetrzymanie próbki w wysokiej temperaturze. Próbki do pomiarów miały kształt dysków o średnicy 3 cm i grubości 4 mm. Ich wygrzewanie przez okres 9 godzin w temperaturze 900 °C przeprowadzono pod próżnią 10^{-5} Torra, po czym powoli przez okres pięciu dni schładzano je do temperatury pokojowej. Pozbawione w ten sposób defektów próbki



Rys. 9 Schematyczne przedstawienie aparatury "pin on disc", która służyła do defektowania miedzianych dysków.

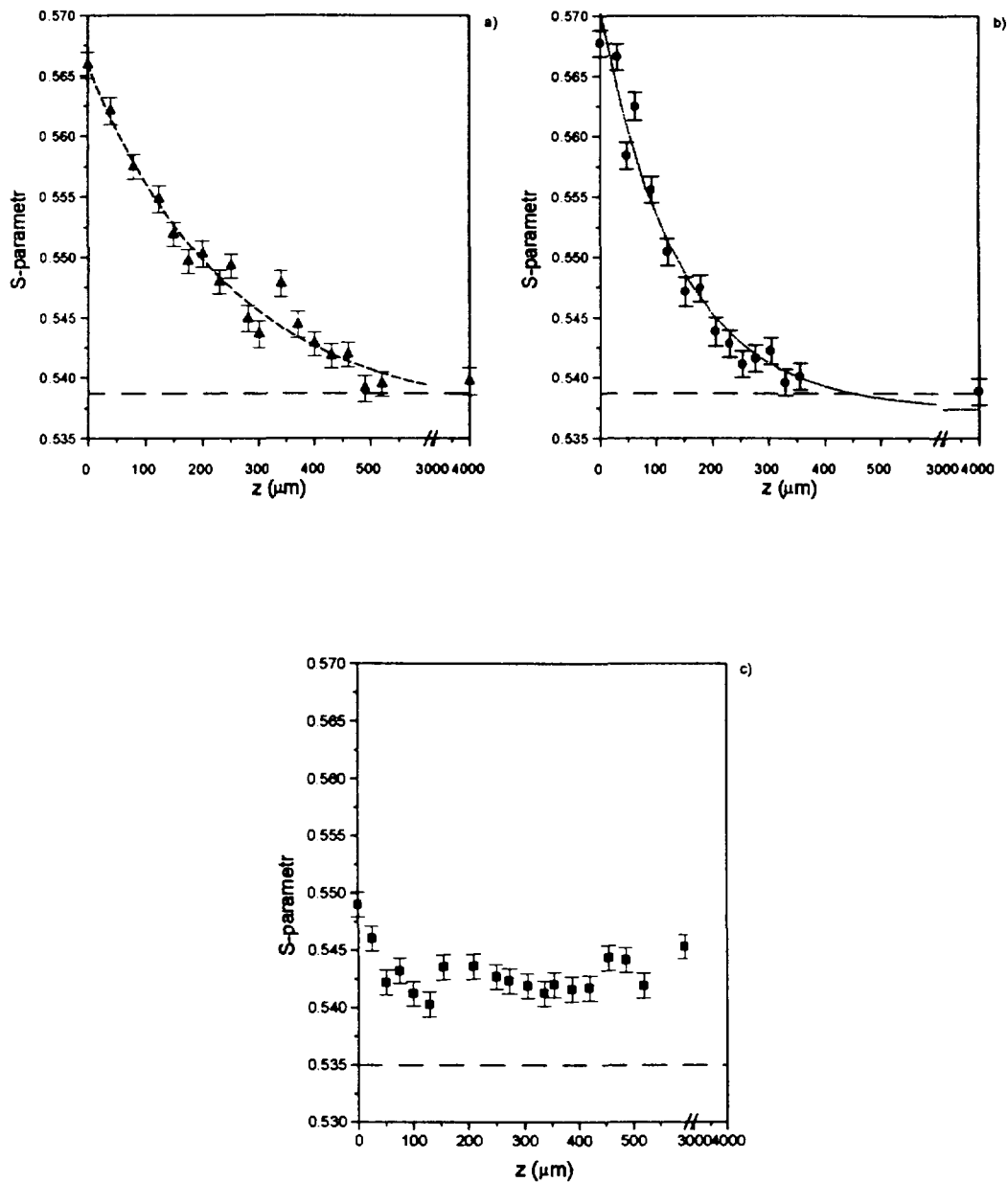
defektowano na stanowisku typu "pin on disc" przy pomocy stalowej kulki o średnicy 4mm w warunkach tarcia suchego pod próżnią 10^{-4} Torra. Na powierzchni każdej próbki wytwarzano w tych samych warunkach pięć równoległych rowków, aby zwiększyć obszar zdefektowany. Przed pomiarami próbkę przecinano prostopadłe do defektowanej powierzchni na dwie równe połowy, uzyskując dwie części tej samej próbki, między którymi umieszczano źródło pozytonów ^{22}Na zamknięte w cienkiej folii kaptonowej. W ten sposób pozytony penetrowały obszar warstwy wierzchniej wytworzonej podczas tarcia stalowej kulki o powierzchni dobrze odpuszczonej miedzi. W eksperymencie mierzono parametr S linii anihilacyjnej, który jak to argumentowano wyżej jest czuły na obecność defektów takich jak wakacje i ich skupiska. Pomiary dokonywane były na detektorze germanowym HpGe, którego energetyczna zdolność rozdzielcza w obszarze energii 511 keV wynosiła 1.6 keV. Po pomiarze obie części próbki wytrawiano w roztworze stężonego kwasu azotowego i siarkowego usuwając warstwę o grubości kilkudziesięciu mikrometrów i ponownie mierzono parametr S . Powtarzając tę procedurę wielokrotnie otrzymano zależność parametru S od głębokości w obszarze warstwy wierzchniej, Rys.10. Należy pamiętać, że jednorazowo mierząc parametr S zbieramy uśrednioną informację o koncentracji defektów w warstwie której grubość równa jest zasięgowi pozytonów. Do sprawy tej powrócimy na końcu tego rozdziału.

Aby pokazać, czy istotnie opisana powyżej technika pomiarowa funkcjonuje i jest wystarczająco czuła, dwie próbki zdefektowano w odmienny sposób. Jeden z wygrzanych miedzianych dysków zamontowano na tokarce i przy pomocy noża tokarskiego zeskrawano z jej powierzchni jedną warstwę o grubości $100\ \mu\text{m}$. Drugi dysk umieszczono w prasie i sprasowano go redukując jego grubość także o $100\ \mu\text{m}$. Oczywiście było, że próbki poddane skrawaniu, prasowaniu i tarcia stalową kulką powinny mieć inne profile defektów, choć trudno było przewidywać jakie. Rys.11 przedstawia zależności parametru S od grubości wytrawionej warstwy zmierzone dla próbki zdefektowanej na aparaturze "pin on disc", skrawanej i prasowanej. Na wszystkich rysunkach poziomą, przerywaną linią zaznaczono wartość parametru S ,



Rys.10 Ruch pozytonu w zdefektowanej warstwie wierzchniej miedzi.

jaka była dla próbki jeszcze niezdefektowanej. Pomiar taki technicznie odbywał się tak, że parametr S mierzono po stronie niezdefektowanej. (Dyski były na tyle grube, 4mm, że trudno było założyć by profil defektów rozciągał się na tak znaczną głębokość). Z Rys.11a,b) widać, że profil parametru S , czyli profil defektów, maleje gdy głębokość rośnie i na pewnej głębokości parametr S osiąga wartość taką jaka jest dla próbki odpuszczonej, niezdefektowanej. Tak jest tylko gdy próbki były defektowane przez tarcie stalowej kulki i skrawanie, dla próbki prasowanej zależność ta jest bardziej skomplikowana. Zauważmy jednak różnice między profilem defektów powstałym w próbce skrawanej i poddanej tarcii. W próbce skrawanej koncentracja defektów ze wzrostem głębokości maleje szybciej niż w próbce zdefektowanej tarcii. Różnie te wynikają stąd, że podczas skrawania mamy obecność głównie naprężeń ścinających, w przypadku tarcia, oprócz naprężeń ścinających w obszarze złącz adhezyjnych mamy także niebagatelny udział naprężeń ściskających, normalnych do powierzchni. W próbce prasowanej mamy zaś obecność tylko naprężeń ściskających wywołujących plastyczne odkształcenie metalu poprzez kreacje i ruch dyslokacji. Dla tej próbki parametr S tuż przy powierzchni próbki maleje bardzo szybko po czym utrzymuje niemal stałą wartość, która jest znacznie wyższa niż dla próbki odpuszczonej przed prasowaniem. Za powstanie defektów, wakancji w tej próbce odpowiedzialne są dyslokacje, a raczej ich ruch wywołany odkształceniem plastycznym. Przecinające się dyslokacje produkują na swoich liniach progi, inaczej, uskoki, te zaś pod wpływem odpowiednio wysokiego naprężenia poruszają się produkując strumień wakancji lub atomów międzywęzłowych w zależności od kierunku ruchu. Mechanizm ten znany jest w teorii dyslokacji. Zasięg ruchu dyslokacji w odkształceniu plastycznym jest bardzo duży, stąd też i duży zasięg profilu defektów obserwowanego przez pomiar parametru S . O ile w próbkach defektowanych skrawaniem i tarcii profil defektów maleje ze wzrostem głębokości to dla próbki prasowanej już nie. Poza tym bliżej środka próbki koncentracja defektów wzrasta co jest spowodowane tym, że dyslokacje poruszają się od powierzchni w głąb próbki. Strumienie dyslokacji od obu równoległych powierzchni spotykają się w środku próbki powodując wzrost liczby progów na liniach dyslokacji będących potencjalnymi



Rys.11 Zależność parametru S od głębokości dla próbek defektowanych przez tarcie a), skrawanie b) i prasowanie c).

źródłami wakancji. Według najnowszych obliczeń i symulacji komputerowych, dyslokacje spełniają jedynie rolę prekursorów do lokalizacji pozytonów w wakancjach znajdujących się w pobliżu lub na samej linii dyslokacji. Anihilacja pozytonu na linii dyslokacji daje parametr S lub czas życia pozytonu bardzo zbliżony do tego jaki jest obserwowany dla sieci nie zdeformowanej. Stąd też w naszych interpretacjach wyników mówić będziemy o detekcji profilu wakancji i ich skupisk, bo lokalizacja pozytonu w

takich właśnie miejscach jest przyczyną wzrostu wartości parametru S . W próbce prasowanej rozkład naprężeń podczas odkształcenia nie jest jednorodny, stąd też i rozkład koncentracji wakancji produkowanych na skutek ruchu dyslokacji nie jest jednorodny co obserwowane jest na Rys.11 c). Zastanawiające jest, że profil wakancji w przypadku próbek defektowanych skrawaniem i tarciami wykazuje jednorodny charakter, a charakterystyczny spadek wartości parametru S można opisać eksponentyjną zależnością:

$$S(z) = S_0 + A \cdot e^{-z/d_0}, \quad (10)$$

gdzie z jest głębokością lub inaczej grubością wytrawioną z próbki, S_0 , A i d_0 to parametry, które można otrzymać z dopasowania tej zależności do uzyskanych wyników eksperymentalnych. Parametr d_0 określa jak szybko profil defektów, wakancji zanika wraz ze wzrostem głębokości. Im mniejsza jego wartość tym płytszy jest otrzymany profil. Parametr S_0 powinien mieć wartość parametru S taką jak dla próbki po stronie nie defektowanej jeśli próbka wystarczająco głęboko nie ulega defektowaniu. Wartość A mówi nam jak duży jest stopień zdefektowania powierzchni zdefektowanej próbki. W Tabeli I zebrano wartości uzyskanych parametrów z dopasowania zależności (10) do profilu parametru S uzyskanego dla próbki defektowanej skrawaniem i tarciami. Na tym przykładzie widać, że proces defektowania ma duży wpływ na wartości zaproponowanych do opisu profilu parametrów. Podsumowując, zastosowanie pomiaru parametru S według zaproponowanej procedury pozwala określić profil wakancji powstały w warstwie wierzchniej. Zastosowana metoda jest wystarczająco czuła by określać nawet detale tego profilu.

Tabela I. Wartości parametrów S_0 , A i d_0 zależności (10) dopasowanej do pomiarów parametru S w funkcji głębokości dla próbki skrawanej i defektowanej przez ślizganie stalowej kulki dociskanej do powierzchni dysku siłą 1,55 N przez czas 60 min, szybkość ruchu kulki względem powierzchni dysku wynosiła 10,6 cm/s. Skrawanie jak i defektowanie próbek przeprowadzono w temperaturze pokojowej. (W Tabeli, względne wartości błędów na parametry S_0 , A i d_0 , wynoszą odpowiednio, 1%, 8% i 5%.)

	S_0	A	d_0 [μm]
dla próbki skrawanej	0,537	0,033	143
dla próbki poddanej tarcu	0,537	0,029	217

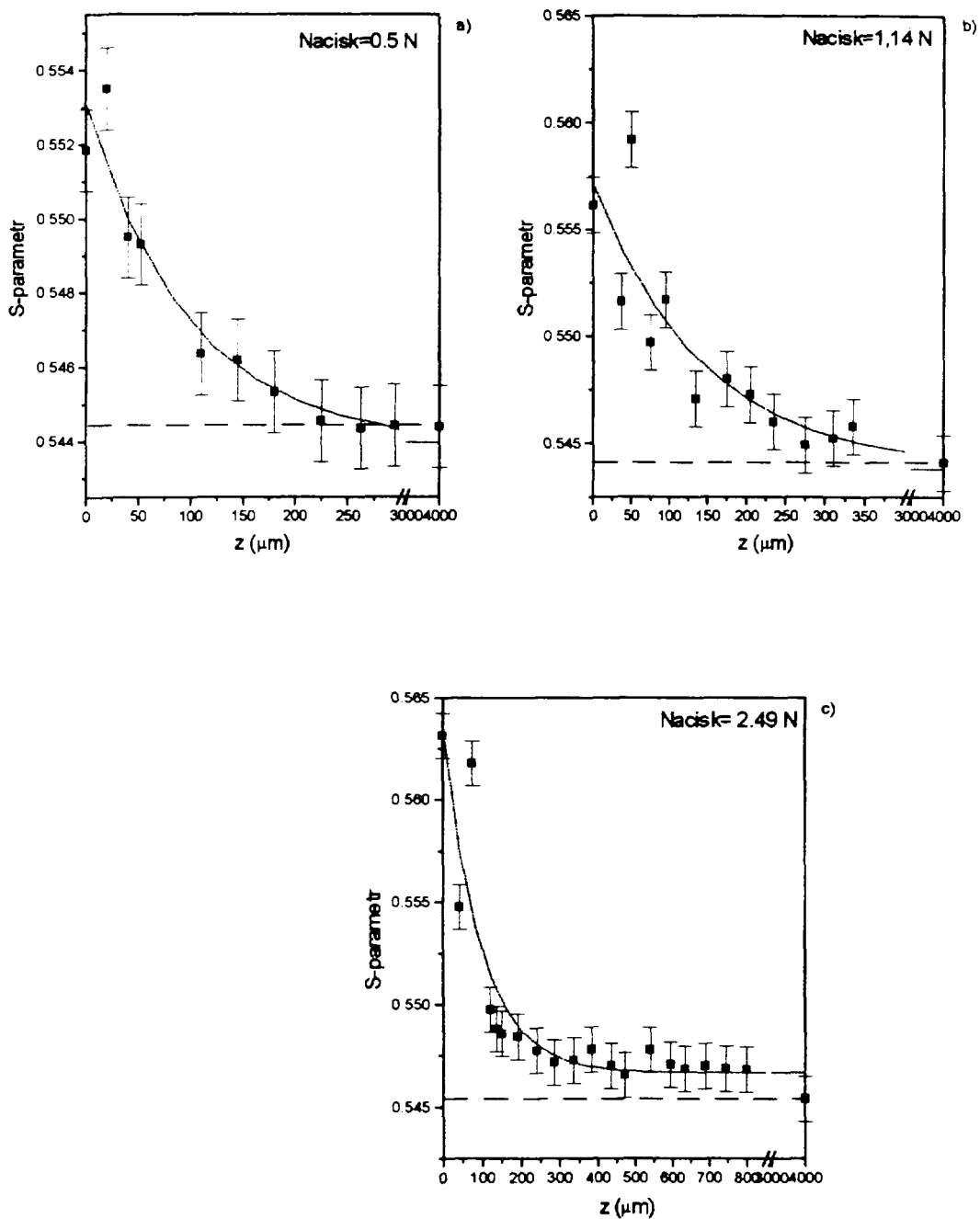
Na Rys.12 przedstawiono wyniki pomiaru profilu defektów w warstwie wierzchniej powstałej podczas tarcia stalowej kulki o miedziany dysk stosując trzy różne wartości siły nacisku: 0.5 N, 1.14 N i 2.49 N [8]. Prędkość obrotu dysku wynosiła 10,6 cm/s, czas defektowania wynosił 60 min. i oba te parametry były stałe. W Tabeli II przedstawiono parametry S_0 , A i d_0 uzyskane przez dopasowanie zależności (10) do wyników doświadczalnych (Rys.12). Uzyskane wyniki wskazują, że wzrost siły

docisku stalowej kulki do powierzchni powoduje wzrost głębokości zalegania wakancji. Niemniej znaczny wzrost tej siły powoduje powstanie, oprócz warstwy, w której defekty zanikają wraz ze wzrostem głębokości, warstwy zalegającej głęboko pod powierzchnią, w której koncentracja wakancji jest stała. W przypadku siły docisku 1.14 N na głębokości 300 μ m nie obserwowano już defektów natomiast dla siły 2.49 N były one obecne jeszcze na głębokości 800 μ m. Przyczyną obecności tej warstwy są dyslokacje, które przy znacznych naprężeniach ściskających poruszają się w głąb próbki. Pomocą w uruchomieniu ruchu tych dyslokacji jest i temperatura, która przy dużych siłach nacisku wzrasta dość znacznie. Profil defektów powstały przy zastosowaniu maksymalnej siły nacisku jest w pewnym sensie podobny do tego jaki otrzymaliśmy dla próbki poddanej prasowaniu (Rys.11 c). Choć w tym przypadku profil ten jest bardziej jednorodny, co było spowodowane tym, że profil ten powstawał podczas długiego czasu w podwyższonej temperaturze. Zauważmy, że wzrost siły docisku powoduje także, wzrost koncentracji defektów tuż pod powierzchnią, wzrost parametru A (Tabela II), czego należało oczekiwać.

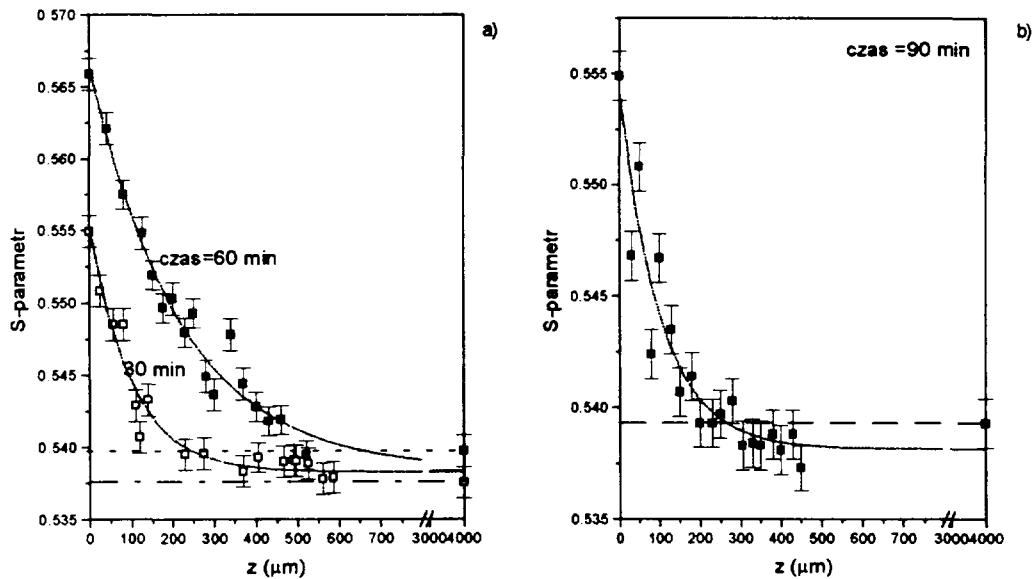
Tabela II. Wartości parametrów S_0, A i d_0 zależności (10) dopasowanej do pomiarów parametru S w funkcji głębokości dla próbek defektowanych przez ślizganie stalowej kulki (z szybkością 10,6 cm/s) przez czas 60 min w temperaturze pokojowej w komorze próżniowej pod ciśnieniem 10^{-4} Torra. Stosowana wartość siły docisku podana jest w kolumnie pierwszej. (W Tabeli, względne wartości błędów na parametry S_0, A i d_0 , wynoszą odpowiednio, 1%, 8% i 5%.)

Siła nacisku stalowej kulki [N]	S_0	A	d_0 [μ m]
0,5	0,544	0,009	96
1,14	0,544	0,013	144
2,49	0,547	0,017	95

Stwierdzając, że nacisk ma istotny wpływ na profil wakancji w warstwie wierzchniej, postanowiono sprawdzić jak czas defektowania wpływa na ten profil. Stalową kulkę dociskano siłą 1.55 N do obracającego się miedzianego dysku z prędkością 10,6 cm /s. Dla trzech próbek czas defektowania wynosił odpowiednio 30 min, 60 min i 90 min. Na Rys.13 przedstawiono uzyskane profile wakancji a w Tabeli III, zaprezentowano parametry S_0, A i d_0 uzyskane z dopasowania. Początkowo wzrost



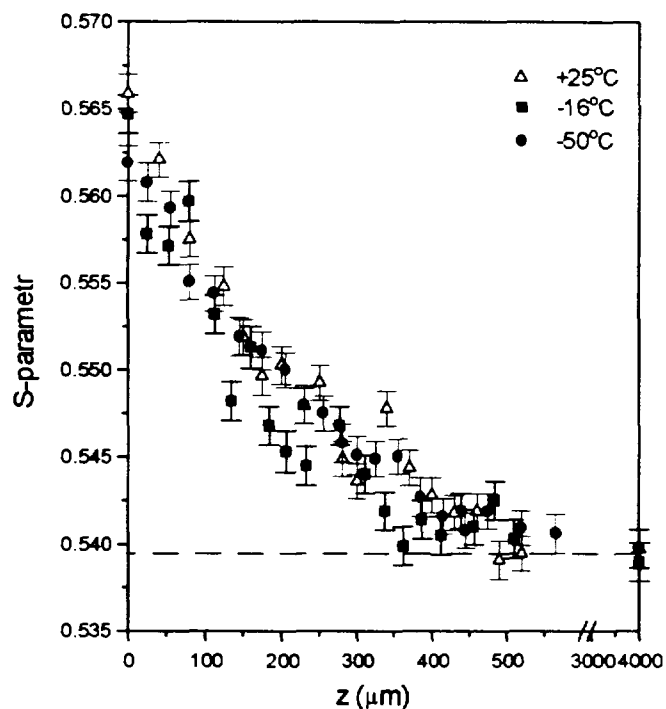
Rys.12 Zależność parametru S od głębokości dla próbek defektowanych przez tarcie dla trzech wartości siły nacisku: 0,5N -a), 1,14N -b), 2,49N -c) [8], stalowej kulki do powierzchni dysku. (Linia kropkowaną zaznaczono dopasowaną funkcję (10) do punktów eksperymentalnych.)



Rys.13 Zależność parametru S od głębokości dla próbek defektowanych podczas tarcia dla różnych czasów pracy kulki na powierzchni dysku. (Linia kropkowaną zaznaczono dopasowaną funkcję (10) do punktów eksperymentalnych.)

czasu powoduje powiększenie grubości warstwy zdefektowanej, parametr d_0 wzrósł niemal dwukrotnie gdy czas wzrósł z 30 min do 60 min. Niemniej wzrost czasu do 90 min spowodował efekt zupełnie odwrotny, parametr d_0 zmalał do takiej wartości jak była dla czasu 30 min. Długi czas pracy stalowej kulki na powierzchni dysku miedzianego powoduje dużą akumulację energii mechanicznej, która powoduje wzrost temperatury w warstwie wierzchniej. Temperatura ta może być tu na tyle wysoka, że rozpoczyna się proces wygrzewania, odpuszczania zdefektowanego w początkowym okresie materiału. Nie wykluczone jest, że istotny jest tu proces dynamicznego zmęczenia materiału, który objawia się tu odpuszczeniem czyli zmiękczeniem materiału. Niemniej godnym odnotowania jest fakt, że warstwa wierzchnia ewoluuje podczas pracy stalowej kulki.

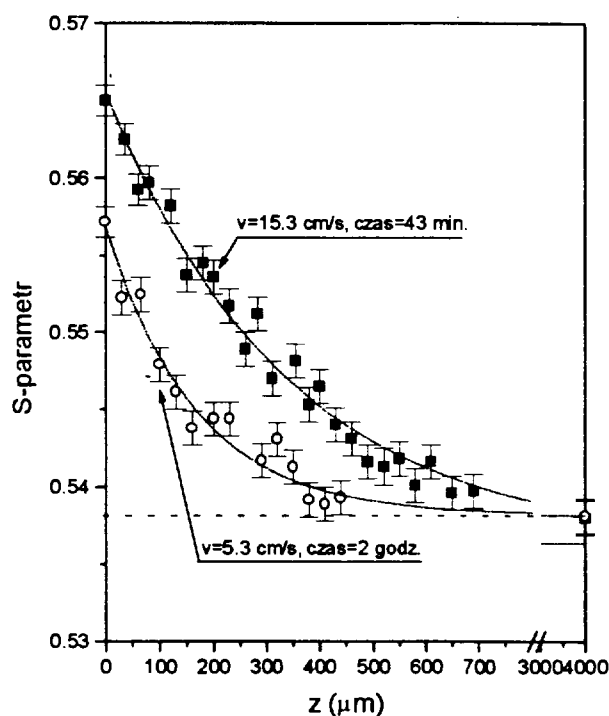
Ponieważ już dwukrotnie zwracaliśmy uwagę na wpływ temperatury na warstwę wierzchnią zatem defektowanie powierzchni dysku przeprowadzono także obniżając jego temperaturę. Chłodząc dysk za pomocą ochłodzonego metanolu, który w miedzianych rurkach opływał obracającą się próbkę, defektowano jej powierzchnię stalową kulką. Podobnie jak wyżej cała procedura odbywała się pod próżnią rzędu 10^{-5} Torra. Rys.14 przedstawia profile defektów uzyskane dla próbek defektowanych w temperaturze pokojowej, $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ i $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zaobserwowano niewielkie obniżenie wartości parametru d_0 z obniżeniem temperatury (Tabela IV), ale jak widać to z Rys.14 wpływ temperatury na profil defektów jest w tym zakresie temperatur niewielki. Co może wskazywać, że temperatury powstające w warstwie wierzchniej są znacznie wyższe od tych, które stosowaliśmy w tym pomiarze. Niewielkie zmiany mogą być spowodowane zmianami temperaturowymi stałych elastometrycznych miedzi.



Rys. 14 Zależność parametru S od głębokości dla próbek defktowanych podczas tarcia dla różnych temperatur defktowanych dysków.

Tabela III. Wartości parametrów S_0 , A i d_0 zależności (10) dopasowanej do pomiarów parametru S w funkcji głębokości dla próbek defktowanych przez ślizganie stalowej kulki (z szybkością 10,6 cm/s) dociskanej siłą 1,55 N w temperturze pokojowej w komorze próżniowej pod ciśnieniem 10^{-4} Torra. Czas defktowania podano w kolumnie pierwszej. (W Tabeli, względne wartości błędów na parametry S_0 , A i d_0 , wynoszą odpowiednio, 1%, 8% i 5%.)

Czas tarcia stalowej kulki [min]	S_0	A	d_0 [μm]
30	0,538	0,017	100
60	0,537	0,029	217
90	0,538	0,016	100



Rys.15 Zależność parametru S od głębokości dla próbek defektowanych podczas tarcia przy dwóch prędkościach ruchu stalowej kulki. (Linia kropkowaną zaznaczono dopasowaną funkcję (10) do punktów eksperymentalnych.)

Tabela IV. Wartości parametrów S_0 , A i d_0 zależności (10) dopasowanej do pomiarów parametru S w funkcji głębokości dla próbek defektowanych przez ślizganie stalowej kulki (z szybkością 10,6 cm/s dociskanej siłą 1,55 N w komorze próżniowej pod ciśnieniem 10^{-4} Torra. Temperatura chłodzenia dysku podczas defektowania jego powierzchni podana jest w kolumnie pierwszej. (W Tabeli, względne wartości błędów na parametry S_0 , A i d_0 , wynoszą odpowiednio, 1%, 8% i 5%.)

Temperatura chłodzenia dysku [°C]	S_0	A	d_0 [μm]
+20	0,537	0,029	217
-16	0,539	0,025	178
-50	0,539	0,025	183

Ostatnim pomiarem w przeprowadzonej serii było sprawdzenie jak szybkość ruchu dysku wpływa na profil defektów. Zmieniano tym razem szybkość obrotu dysku, zaś czas defektowania korygowano tak, by ilość cykli była taka sama. Eliminowano w ten

sposób wpływ czasu, który jak było to pokazane wyżej jest istotny. Rys.15 pokazuje uzyskane wyniki dla dwu prędkości: 5.3 cm/s i 15.3 cm/s, natomiast Tabela V zawiera uzyskane parametry dopasowania eksponentyjnej zależności (10) dla trzech prędkości. Istotna jest tu bardzo wyraźna zależność wartości parametru d_0 od prędkości. Im większa jest szybkości tym głębiej zalega warstwa zdefektowana, tym też i większa jest koncentracja defektów na samej powierzchni (wzrost wartości parametru A). Wytlumaczeniem tej wyraźnej zależności może być to, że zwiększając szybkość ruchu dysku zwiększamy energię, którą pochłania miedziany dysk podczas defektowania go stalową kulką. Wzrostowi tej energii towarzyszyć musi wzrost koncentracji wakancji w warstwie wierzchniej, choć zastanawiający jest fakt, że towarzyszy mu także wzrost zasięgu ich penetracji i nadal obserwujemy eksponentyjną zależność parametru S od głębokości. Czyżby więc odpowiedzialnym za rozkład koncentracji defektów w warstwie wierzchniej był i rodzaj dyfuzji defektów, której motorem jest gradient ich koncentracji a nie tylko ruch dyslokacji ?

Tabela V. Wartości parametrów S_0, A i d_0 zależności (10) dopasowanej do pomiarów parametru S w funkcji głębokości dla próbek defektowanych przez ślizganie stalowej kulki dociskanej siłą 1,55 N w komorze próżniowej pod ciśnieniem 10^{-4} Torra. Szybkość ślizgania i czas defektowania podane są w kolumnie pierwszej. (W Tabeli, względne wartości błędów na parametry S_0, A i d_0 , wynoszą odpowiednio, 1%, 8% i 5%.)

Szybkość ruchu stalowej kulki po dysku [cm/s]	S_0	A	d_0 [μm]
5,3 (czas=120 min)	0,538	0,018	165
10,6 (czas=60 min)	0,537	0,029	217
15,3 (czas=43 min)	0,536	0,029	336

We wszystkich przedstawionych powyżej przypadkach wielkością mierzoną był parametr S , który jak to pokazano w rozdziale 2 jest wielkością czułą na obecność wakancji lub ich skupisk. Mierząc próbki miedzi defektowane tarciem lub przez skrawanie stwierdziliśmy eksponentyjny zanik tej wielkość w funkcji głębokości. Spróbujmy znaleźć teraz jak zmienia się koncentracja wakancji w funkcji głębokości. Załóżmy, że pozytony w przedstawionym eksperymencie anihilują tylko w wakancjach, zatem związek pomiędzy ich koncentracją a mierzonym parametrem S opisany jest wyrażeniem (9) wyprowadzonym wyżej. Aby z niego skorzystać, musimy znać wartości: S_f i S_w . W naszym pomiarze możemy przyjąć iż $S_f = S_0$, założmy ponadto, że w warstwie tuż pod defektowaną powierzchnią wszystkie pozytony zostają schwyte przez wakancje i tam też anihilują, czyli: $S_w \approx S_f + A$. Przekształcając wzór (9) i podstawiając (10) otrzymujemy następujące wyrażenie na koncentracje wakancji w warstwie wierzchniej:

$$c_w(z) = \frac{\lambda_f}{\mu} \cdot \frac{A \cdot e^{-z/d_0}}{S_w - S_f - A \cdot e^{-z/d_0}} \cong \frac{\lambda_f}{\mu} \cdot e^{-z/d_0} = 7 \cdot 10^{-5} \cdot e^{-z/d_0}. \quad (11)$$

Zatem koncentracja wakancji zanika eksponentalnie wraz ze wzrostem głębokości. Wynik ten można traktować z pewnym przybliżeniem, bowiem, jeśliby problem przeanalizować precyzyjnie to należałoby uwzględnić fakt, że promieniowanie anihilacyjne rejestrowane przez detektor pochodzi z pewnego obszaru. Wskazywaliśmy wyżej fakt, że pozyton o ciągłym widmie energii penetruje pewien obszar, im głębiej, tym mniej pozytonów dociera tam. Zależność między ilością pozytonów docierających na określoną głębokość jest też eksponentalna, stąd mierzona wartość parametru S jest sumą ważoną parametrów S z tego obszaru. Dokładne rachunki wskazują na następującą zależność między mierzoną wartością parametru S (oznaczamy go przez S_{exp}), a tą jaką mierzylibyśmy, gdyby pozytony anihilowały tylko na określonej głębokości:

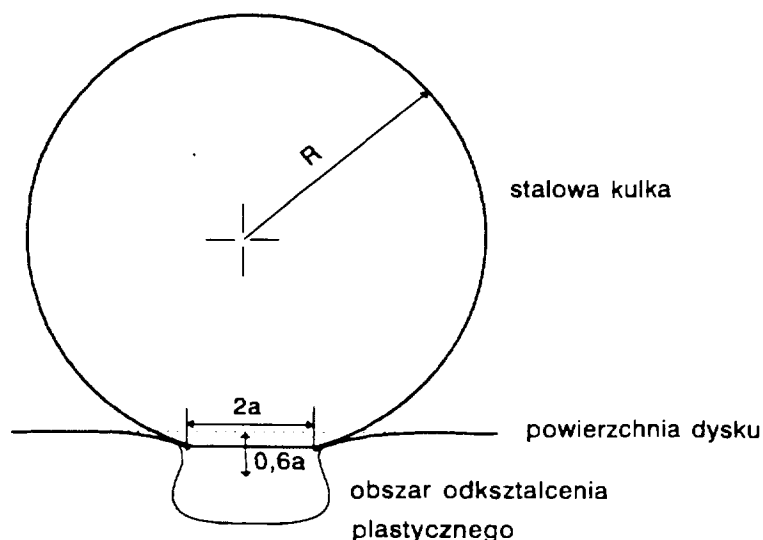
$$S_{\text{exp}}(z) = -\alpha \cdot \int_z^{\infty} dt \cdot Ei[-\alpha(t-z)] \cdot S(t), \quad (12)$$

gdzie $Ei(x) = \int_{-\infty}^x dt \frac{e^t}{t}$ jest funkcją całkowo-wykładniczą, a α jest współczynnikiem absorpcji pozytonów, (jak już wspominaliśmy dla miedzi jego odwrotność jest równa 27 μm). W naszych pomiarach S_{exp} jest wielkością, którą dobrze opisuje zależność (10). Aby znaleźć faktyczną zależność parametru S a stąd i koncentracji wakancji należałoby rozwiązać równanie całkowe Voltery pierwszego rodzaju. W przypadku gdy $S_{\text{exp}}(z)$ jest funkcją eksponentalną to z dokładnością do ułamka procenta także i $S(t)$ jest też eksponentalną funkcją głębokości. Zatem można uznać, iż równanie (11) z dobrym przybliżeniem opisuje rzeczywisty rozkład wakancji w warstwie wierzchniej. Jeśli jednak zależność $S_{\text{exp}}(z)$ będzie miała bardziej skomplikowany charakter, to stąd rozwiązanie równania (12) będzie konieczne, aby poznać faktyczny głębokościowy rozkład wakancji.

Na zakończenie porównajmy rezultaty naszych pomiarów z wynikami obliczeń teoretycznych wielkości obszaru plastycznie zdeformowanego pod wpływem kuli spoczywającej na metalowym dysku. Rys.16 przedstawia schematyczny szkic takiej sytuacji z zaznaczonym obszarem odkształconym plastycznie, którego charakterystyczny promień można obliczyć przy pomocy wzoru [9]:

$$a = \sqrt[3]{\frac{3 \cdot N \cdot R}{4 \cdot E}}, \quad (13)$$

gdzie R jest promieniem kuli, N jest wartością siły z jaką dociskamy stalową kulę do powierzchni dysku i E jest modułem Younga materiału dysku. Podstawiając do tego wzoru: $R=2\text{mm}$, $E=8 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ (moduł Younga dla Cu) otrzymamy, że $a=35\mu\text{m}$ dla największej siły z jaką dociskaliśmy kulkę do dysku w naszych eksperymentach. Zauważmy, że jest to wartość o rząd wielkości mniejsza od zasięgu zdefektowania warstwy wierzchniej. Wy tłumaczenie tego faktu można znaleźć w tym, że obszar warstwy wierzchniej określany metodą anihilacji pozytonów jest znacznie większy niż tylko obszar odkształcony plastycznie. Może on obejmować także obszar odkształcony



Rys 16 Schematyczne przedstawienie obszaru odkształconego plastycznie zalegającego pod kulką defektującą powierzchnie miedzianego dysku. Wielkość a można policzyć przy pomocy wzoru (13).

sprężycie, w którym po ustaniu sił pozostały defekty punktowe zdradzające fakt ich wcześniejszego działania. Zatem przedstawiona tu metoda anihilacji pozytonów pozwala określić wielkość całej warstwy wierzchniej, aż po obszar odkształcany sprężycie.

Autorzy mają świadomość, że przedstawione tu rozważania mogą dla praktyków i inżynierów mieć aspekt teoretyczny. Niemniej postawmy pytanie, które może być dla nich bardziej interesujące. Czy z pomiarów parametru S , przedstawionych wyżej można otrzymać ilościowe dane o odkształceniu w warstwie wierzchniej? Odpowiedź na to pytanie jest pozytywna. Skorzystajmy bowiem z faktu, że koncentracja defektów punktowych jest proporcjonalna do pracy wykonanej podczas deformacji. Zakładając liniowy związek pomiędzy naprężeniem i odkształceniem otrzymamy następującą zależność pomiędzy koncentracją wakancji a odkształceniem ϵ [10]:

$$c_w \cong k \cdot \epsilon^2. \quad (14)$$

Podstawiając tu otrzymaną zależność (11) dostaniemy relacje jak zmienia się odkształcenie z głębokością:

$$\epsilon(z) \cong 0.81 \cdot e^{-z/(2d_0)}, \quad (15)$$

gdzie za stałą proporcjonalności w relacji (14) przyjęto wartość $1.73 \cdot 10^3$ [10]. Zatem z przeprowadzonych szacunków tuż przy powierzchni warstwa wierzchnia odkształca się bardzo znacznie bo do poziomu ok. 81%. W rzeczywistości wielkość ta może być zawyżona gdyż przy dużych odkształceniach zależność (14) nie jest już kwadratowa. W celu bardziej dokładnego oszacowania wielkości odkształcenia w warstwie wierzchniej należałoby przeprowadzić bezpośrednie pomiary parametru S od wielkości odkształcenia metalu podczas prasowania. Tego typu pomiary przeprowadzone na niklu [10] wskazują, że zależność parametru S od odkształcenia ma liniowy charakter

tylko dla małych, poniżej 10 % odkształceń. Dla większych, zależność ta nasycy się by dla odkształceń powyżej 60 % wejść już w nasycenie. Zatem jest możliwym przy pomocy tak przeprowadzonego pomiaru także określać wielkości odkształceń w poszczególnych warstwach warstwy wierzchniej.

4. Podsumowanie

Przedstawiona tu procedura pomiaru przy pomocą anihilacji pozytonów warstwy wierzchniej powstałej w wyniku tarcia okazała się być bardzo skuteczna. Określono przy jej pomocy profil wakancji powstały w wyniku tarcia stalowej kulki o miedziany, dobrze odpuszczony dysk, który można było opisać prostą eksponentialną formułą zaniku koncentracji wakancji w głąb dysku. Zależność ta była obecna dla wszystkich mierzonych przypadków. Zasięg wakancji zależał od siły nacisku kulki na powierzchnię, czasu tarcia i szybkości ruchu kulki względem dysku, bardzo słabo zaś zależał od temperatury dysku. Metoda ta może być z powodzeniem stosowana do przypadków bardziej skomplikowanych, jak tworzenie warstwy wierzchniej w stopach, układach warstwowych itp. Zastosowanie techniki wiązki powolnych pozytonów pozwalającej implantować pozytony na określoną, nanometrową głębokość pozwoli określić koncentracje wakancji w obrębie złącz adhezyjnych. Generalnie, stosowanie wiązki pozytonowej, w przeciwieństwie do stosowanej tu procedury jest metodą nieniszczącą co może w niektórych przypadkach być istotnym. Zatem metoda anihilacji pozytonów może wnieść istotny wkład w poznanie procesów zachodzących podczas procesu tarcia i zużycia materiałów pozostających ze sobą w kontakcie ślizgowym.

Autorzy chcieliby podziękować Fundacji Współpracy Polsko-Niemieckiej za finansowe wsparcie prowadzonych badań.

5.Literatura

- [1] R.W.West, Adv.Phys. **22**, 263 (1973).
- [2] W.Brandt, A.Dupasquier, (ed.), "Positron Solid-State Physics", Proceedings of the International School of Physics "Enrico Fermi" (North-Holland, Amsterdam, New York, Oxford 1983).
- [3] P.Hautojärvi, "Positron in Solids", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1979.
- [4] M.J.Puska, R.M.Nieminen, "Theory of Positrons in Solids and on Solid Surfaces", Rev. Mod. Phys. **66**, 841 (1994).
- [5] J.Dryzek, "Badania Defektów Sieci Krystalicznej Metodą Anihilacji Pozytonów", Raport IFJ, Nr 1679/PS, Kraków 1994.
- [6] J.Dryzek, C.A.Quarles, (będzie opublikowane w Nucl.Instr.Method)..
- [7] M.Hebda, "Wybrane metody eksperymentalnej analizy naprężeń własnych w warstwie wierzchniej", Zeszyty Naukowe AGH, Nr 183, Kraków 1967.
- [8] J.Dryzek, E.Dryzek, B.Cleff, Acta Phys.Polon. **A88**, 129 (1995).
- [9] T.F.J.Quinn, Physical Analysis for Tribology, Cambridge University Press, Cambridge 1983.
- [10] G.Dlubek, O.Brümmer, E.Hensel, phys.stat.sol (a) **34**, 737 (1976).