

DEFECTOS PUNTUALES Y FENOMENOS DE PRECIPITACION EN ALEACIONES DE Cu-Zn-Al. UN ESTUDIO POR ANIQUILACION DE POSITRONES

R. Romero*, W. Salgueiro, A. Somoza

Instituto de Física de Materiales Tandil (IFIMAT), Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires, Pinto 399, 7000 Tandil.

M. Ahlers

Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, CC 439, 8400 San Carlos de Bariloche.

Sobre muestras monocristalinas de Cu-Zn-Al en la fase β (derivada de una estructura bcc) se realizaron distintos tratamientos térmicos de homogeneización, templado y recocido isotérmico por diferentes lapsos de tiempo, con los cuales se retienen defectos puntuales y se inducen precipitados de la fase gamma. Con espectropía temporal de aniquilación de positrones se siguió la evolución posterior de los parámetros característicos de la técnica, a temperatura ambiente. Dada la extrema sensibilidad de los positrones a la presencia de defectos tipo vacancia, es posible seguir con detalle la migración de estos defectos. Se observa que la presencia de precipitados dentro de la fase matriz modifica los parámetros de aniquilación. Se discuten los resultados en función del modelo standard de atrapamiento de positrones por defecto.

INTRODUCCION

La aleación ternaria de Cu-Zn-Al exhibe a alta temperatura una estructura estable bcc llamada fase β . A bajas temperaturas se produce una descomposición de fases que depende de la composición, apareciendo la fase α (fcc) y γ (estructura cúbica compleja). La fase β puede ser retenida a temperatura ambiente por un adecuado enfriamiento. La fase obtenida exhibe un ordenamiento B2 debajo de T_{B2} y un ordenamiento L_{21} debajo de $T_{L2} < T_{B2}$.

Por otra parte es bien conocido que la aniquilación de positrones es una técnica sumamente útil para el estudio de defectos en metales y aleaciones.

En el presente trabajo se aplica la técnica de tiempo de vida de positrones para el estudio de defectos retenidos por templado en una aleación de β Cu-Zn-Al.

ARREGLO EXPERIMENTAL

Se trabajó con muestras monocristalinas de la fase β de Cu-Zn-Al (Cu-16.14%at. Zn-15.93%atAl) que, en esta composición, tiene a altas temperaturas una

estructura bcc desordenada, sufriendo una transformación a una estructura B2 a 810K y, posteriormente, una transformación B2- L_{21} a 630K. Las mismas fueron fabricadas a partir de elementos de alta pureza (todos de 99.999%) fundidos en cápsulas de cuarzo bajo atmósfera parcial de argón para obtener la aleación madre. De la misma se cortaron trozos que se reencapsularon para crecer los monocristales por el método de Bridgman. De los monocristales así obtenidos se cortaron muestras en formas de discos elípticos (ejes 10 mm y 12 mm) de espesor 1.5 mm. La orientación de las caras fue, en todos los casos, perpendicular a la dirección [100].

Para la medición del proceso de aniquilación de positrones se utilizó la técnica de tiempo de vida. Como fuente emisora de positrones se empleó $20\mu\text{Ci}$ de $^{22}\text{NaCl}$ en solución, depositado sobre kapton ($7.5\mu\text{m}$ de espesor, 1.1 mg/cm^2), siendo su diámetro de aproximadamente 3 mm. Se usó un espectrómetro temporal de alta resolución ($\text{FWHM}\approx 260\text{ ps}$) teniendo como detectores cristales de Pilot U (para los pulsos de "start") y BaF_2 (para los pulsos de "stop"). La electrónica asociada fue ORTEC. La disposición experimental consistió en "ensandwichar" la fuente entre dos muestras idénticas del material a estudiar. A los espectros obtenidos se les efectuó una corrección por aniquilación en la propia fuente, que para la aleación en estudio es del 12.5%. Todas las medi-

* Investigador CIC

ciones se efectuaron a temperatura ambiente (TA).

Tratamiento Térmico: Antes de cualquier templado las muestras fueron homogeneizadas por 2 hs a 1073 K; de esta forma se remueven los efectos residuales de cualquier otro tratamiento térmico anterior. Se realizaron dos procesos térmicos diferentes:

a) Desde 1073 K a T_q enfriado al aire y luego templado hasta $T=285$ K en H_2O con $T_q = 1073$ K, 773 K, 523 K y 493 K.

b) Templado desde 1073 K en H_2O , posterior mantenimiento en el horno a 773 K por tiempos $2m < t_{ann} < 30m$ y, finalmente, templado en H_2O .

Antes de cada medida se realizó un pulido suave seguido de un ataque químico en HNO_3 al 50% en H_2O para remover el óxido.

RESULTADOS Y DISCUSION

El análisis de los espectros de tiempo de vida se realizó descomponiendo los mismos, luego del restado del fondo y de la contribución de la fuente, con dos componentes temporales, obteniéndose un buen ajuste (con un $0.9 < \chi^2/q < 1.1$) utilizando el programa standard de análisis PATFIT¹. Los parámetros habituales representativos de un espectro de tiempo de vida son la vida media $\bar{\tau} = \sum I_i \tau_i$, en donde las I_i son intensidades con que contribuyen al espectro las componentes temporales τ_i . En los análisis de espectros de tiempo de vida de positrones, una componente τ_1 caracteriza a un tipo de *trampa*, mientras que la intensidad asociada I_1 provee información sobre la concentración relativa de ese tipo de *trampa*. Por ejemplo, un material bien recocido y de granos grandes, o mejor aún monocristalino, exhibe un espectro de tiempo de vida de una sola componente τ_1 , que es una característica universal del material. Si a ese material se le introducen vacancias, dislocaciones, etc.; cada uno de esos defectos aparecerá en el espectro de tiempo de vida con sus I_1 y τ_1 correspondientes.

En la Fig. 1 se muestra la variación de la vida media que en función del tiempo de envejecimiento a TA, para los tratamientos térmicos mencionados anteriormente. Se observa que, en todos los casos, los defectos retenidos por templado migran a esta temperatura, por lo tanto, son defectos tipo vacancia. Para $T_q=1073$ K se observa una vida media inicial ($\bar{\tau} \approx 180ps$) más larga que a temperaturas de templado menores, pero el decaimiento con el tiempo de envejecimiento t_a hacia el valor de τ_f varía más rápidamente. Templando a 523K, por debajo de T_{L2} , el valor inicial de τ es menor pero la componente asociada a la concen-

tración de defectos I_2 (ver Fig. 2) permanece constante durante la primera etapa de envejecimiento y, además, es la única componente que contribuye a $\bar{\tau}$, lo que indica que existe una saturación de defectos (durante la misma todos los positrones se están aniquilando en defectos). Para $T_q=493K$ el comportamiento es similar sin observarse una etapa de saturación. Templando desde 773K la vida media inicial es próxima a la correspondiente a $T_q=1073K$ y el comportamiento del decaimiento es intermedio entre los correspondientes a 1073K y 493K, pero no se llega al valor de τ_f sino que se estabiliza a un valor de $\tau \approx 133ps$. Dado que templando desde esa temperatura se inducen en la muestra precipitados γ^2 , se ha realizado un seguimiento particular del efecto de estos precipitados sobre los parámetros de aniquilación haciéndolos crecer según el tratamiento térmico indicado en la ref. 3. Comparando el valor final de $\bar{\tau}$ con los resultados de la Fig. 3, en la cual se representan los resultados para la vida media de estabilización para distintos tiempos de recocido t_{ann} a $T=773K$, se ve que este valor está asociado, indudablemente, a la presencia de precipitados en la muestra.

En la Fig. 4 se muestran los valores de τ_1 y τ_2 en función de t_a para $t_q=493K$; el comportamiento de τ_1 es cualitativamente normal, de acuerdo con el modelo standard de análisis de espectros de aniquilación de positrones en defectos. Por el contrario, τ_2 exhibe un comportamiento *anómalo*, dado que no es constante y por lo tanto no caracteriza a un único tipo de *trampas* para los positrones; esto indica que los defectos retenidos por templado no son, simplemente, monovacancias. Esto ocurre para todos los T_q , con un rango de variación de τ_2 desde 180ps a 155ps. Por otra parte, los resultados reportados en la literatura para pequeños aglomerados de vacancias en estos materiales tienen componentes características de $\tau=(235 \pm 20ps)^4$, y 230ps a 300ps⁵. Si componentes de τ_2 de esta magnitud estuvieran presentes en nuestros espectros, aparecerían claramente diferenciados en el análisis de los datos con el PATFIT, cosa que no sucede, y, además, no puede en ningún caso descomponerse el espectro en tres componentes con resultados físicamente admisibles. Por lo que resulta más razonable pensar que $I_2 \tau_2$ representa un promedio de defectos cuyos tiempos de vida se encuentran en el rango antes mencionado. Indudablemente, como ha sido señalado por J. Van Humbeeck, D. Segers y L. Delaey⁶, con tratamientos de este tipo, además de vacancias, se retienen distintos grados de desorden y como el envejecimiento se realiza a $TA < T_{12}$, es razo-

nable su-poner que esto afecta la cinética de migración de vacancias y, también, podría modificar el volúmen asociado a ellas variando consecuentemente τ_2 . Por otra parte, es de esperar una sobresaturación de vacancias asociadas a los bordes de dominio como ya ha sido observado en experimentos de templado en β

Cu-Zn^{7,8} pudiendo este proceso influenciar el comportamiento de τ_2 e I_2 .

Son necesarias experiencias más detalladas para dilucidar qué tipo de mecanismo es el responsable del comportamiento de los parámetros de tiempo de vida observados.

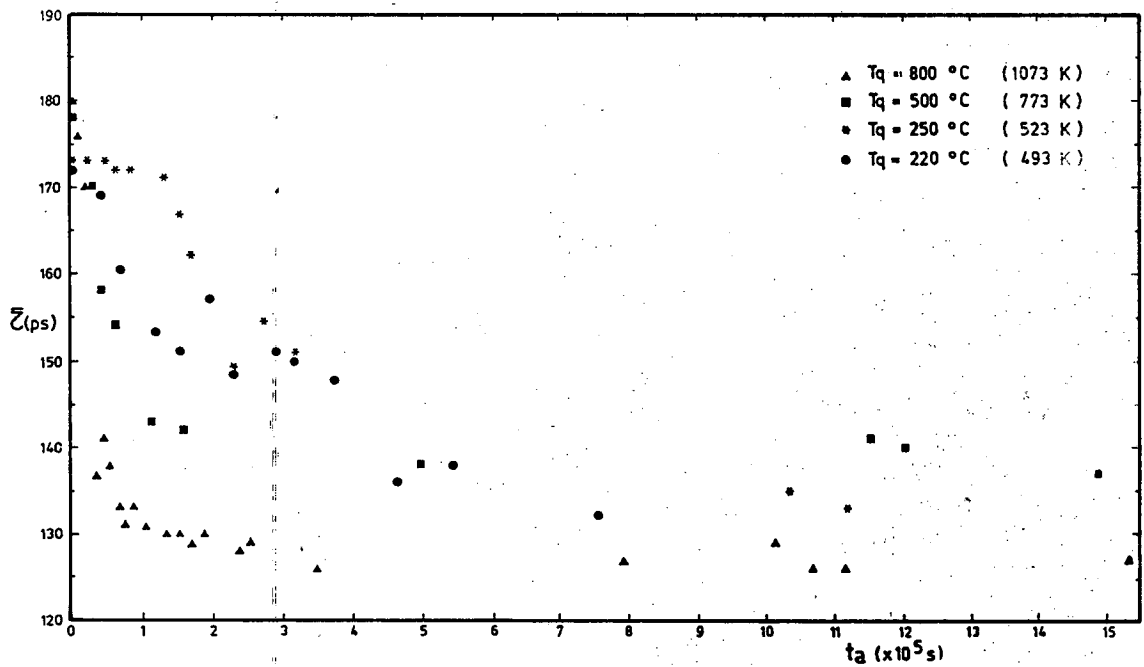


Figura 1: Variación de la vida media en función del tiempo de envejecimiento t_a a TA, para temperaturas de templado $T_q=(\blacktriangle)1073\text{K}$, $(\blacksquare)773\text{K}$, $(*)523\text{K}$ y $(\bullet)493\text{K}$.

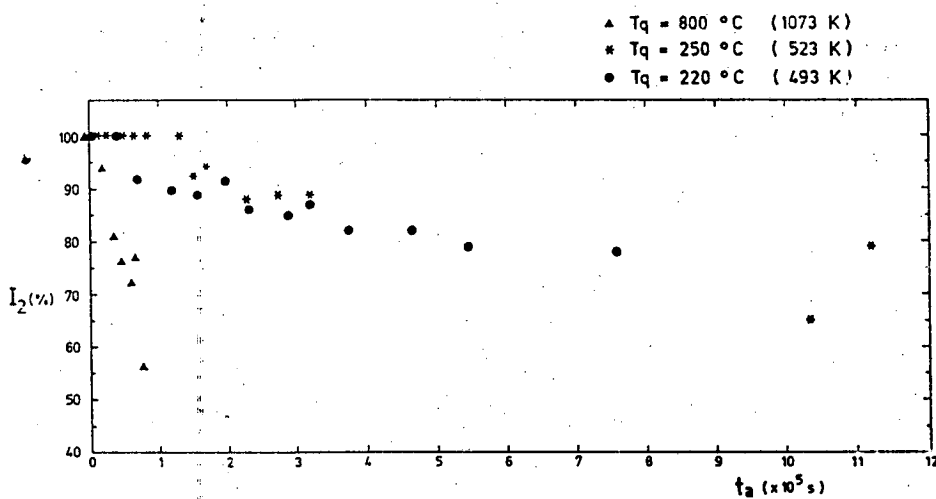


Figura 2: Variación de la intensidad de la segunda componente temporal I_2 en función del tiempo de envejecimiento t_a a TA, para temperaturas de templado $T_q=(\blacktriangle)1073\text{K}$, $(*)523\text{K}$ y $(\bullet)493\text{K}$.

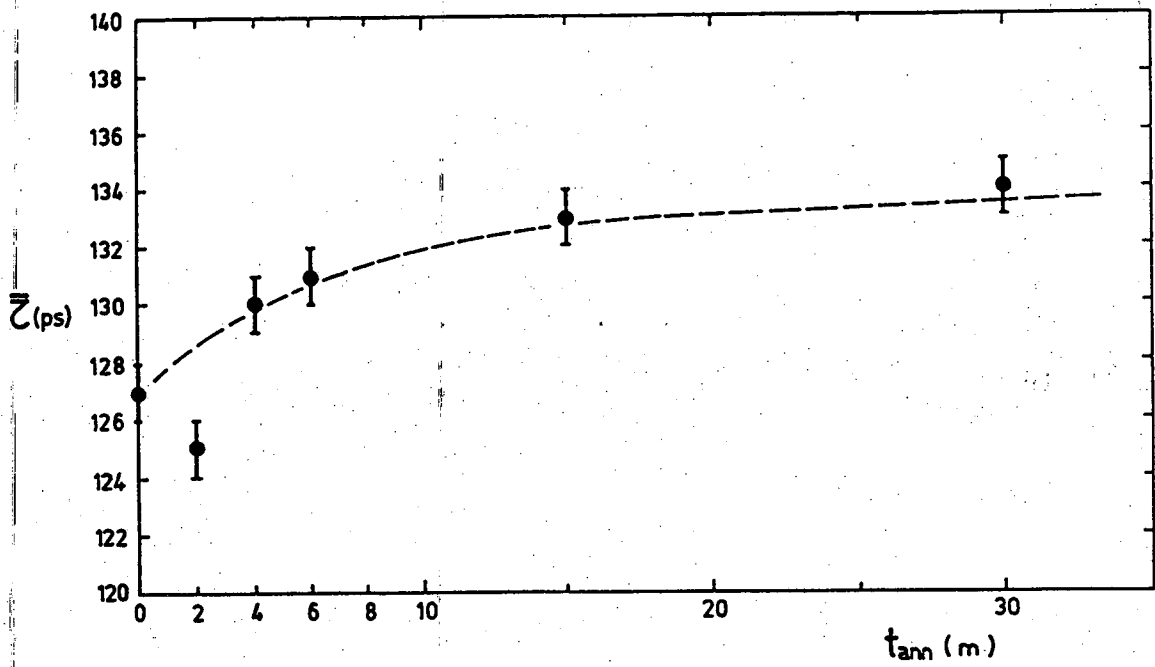


Figura 3: Valor final de $\bar{\tau}$ en función de los distintos tiempos de recocido t_{ann} para $T=773K$.

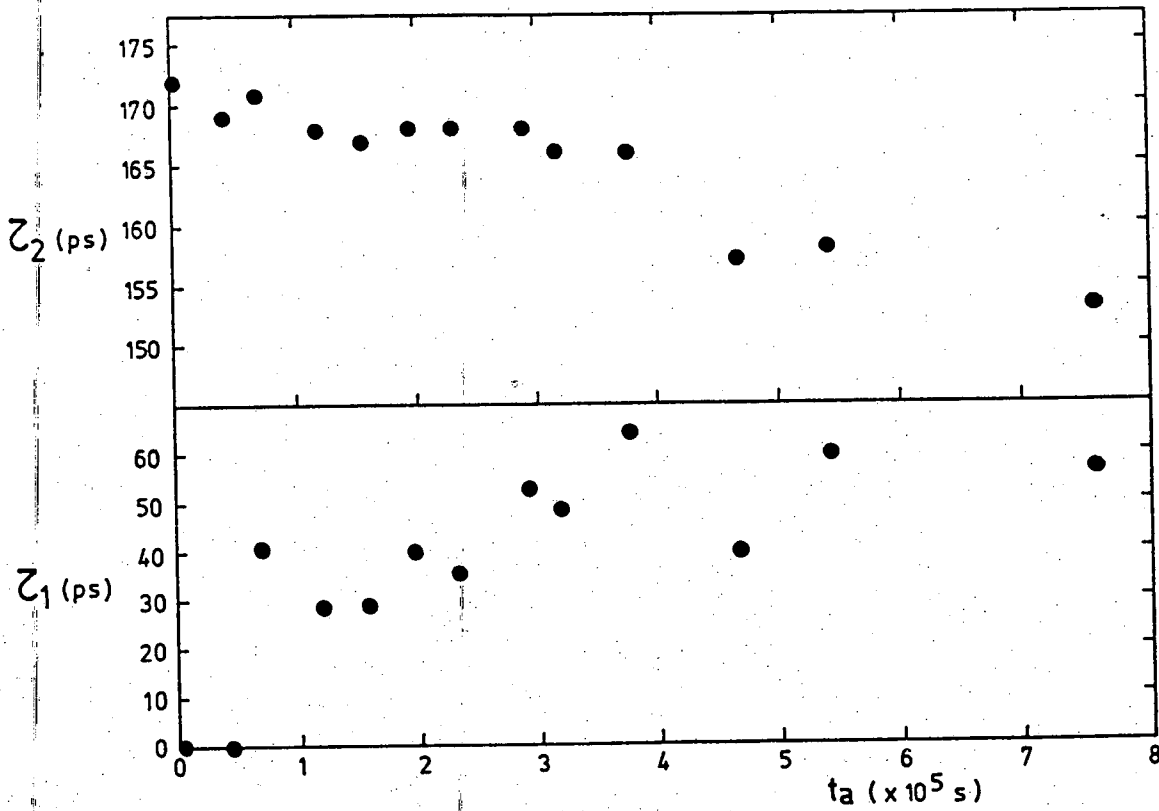


Figura 4: Valores de las componentes temporales τ_1 y τ_2 en función del tiempo de envejecimiento t_a para $t_q=493K$.

REFERENCIAS

- ¹ P. Kirkegaard, N. J. Pedersen y M. Eldrup, *RisΦ-M-2740* (1988).
- ² R. Rapacioli, M. Chandrasekaran y F. C. Lovcy, en *Proc. Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformation* editada por H. I. Aaronson, R. F. Skerka, D. E. Laughlin y C. M. Wayman (T.M.S.A.I.M.E., 1982) 739.
- ³ R. Rapacioli y M. Chandrasekaran, en *Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformation* (Cambridge MA, USA, 1979) 596.
- ⁴ T.-M. Wang, B.-Y. Wang, B.-X. Feng, C.-L. Liu, B.-H. Jiang y Z.-Y. Xu, *phys. stat. sol. (a)* **114**, 451 (1989).
- ⁵ T. J. Panek y K. Plotkowski, *Cryst. Res. Technol.* **22**, K206 (1987); Z. Bojraski, H. Morawiec y T. J. Panek, *phys. stat. sol. (a)* **83**, K97 (1984).
- ⁶ Van Humbeeck, D. Segers y L. Delaey, *Scripta Met.* **19**, 477 (1985).
- ⁷ S. G. Cupchalk y N. Brown, *Acta Met.* **15**, 847 (1967).
- ⁸ S. G. Cupchalk y N. Brown, *Acta Met.* **16**, 657 (1968).