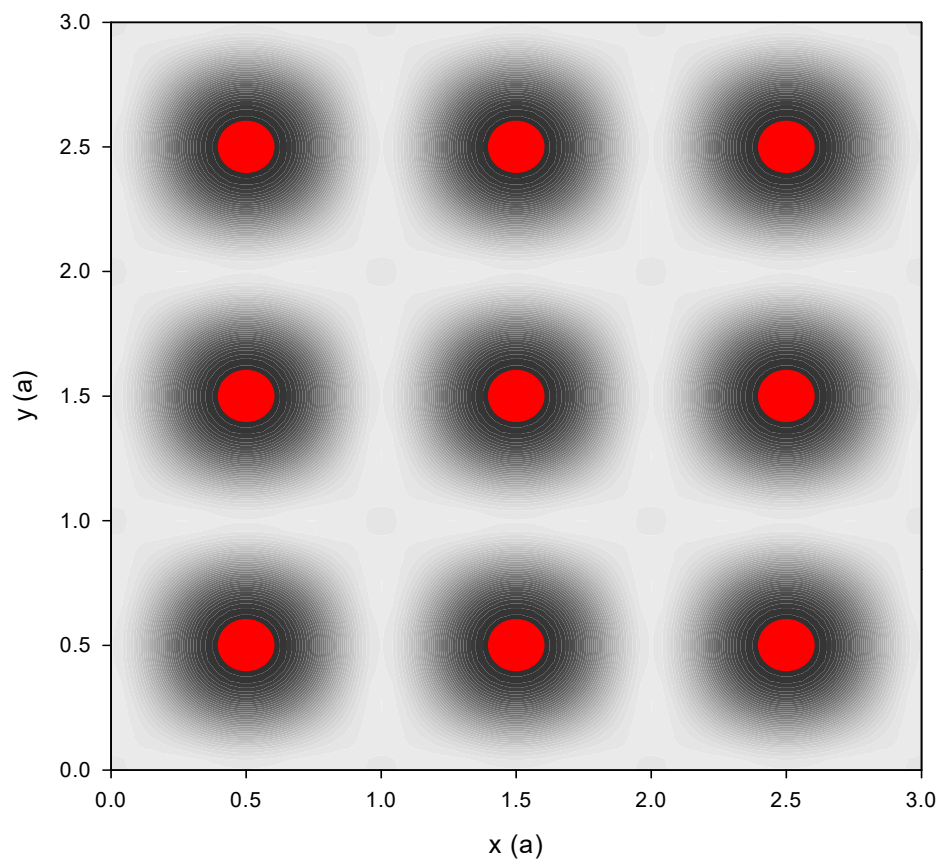


Záchyt pozitronu v defektech

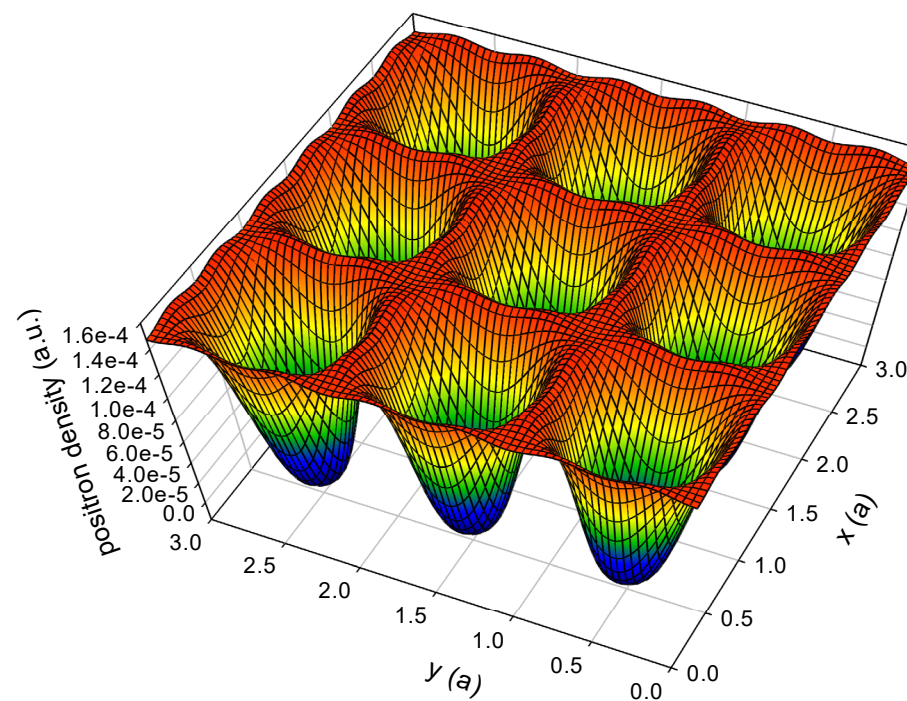
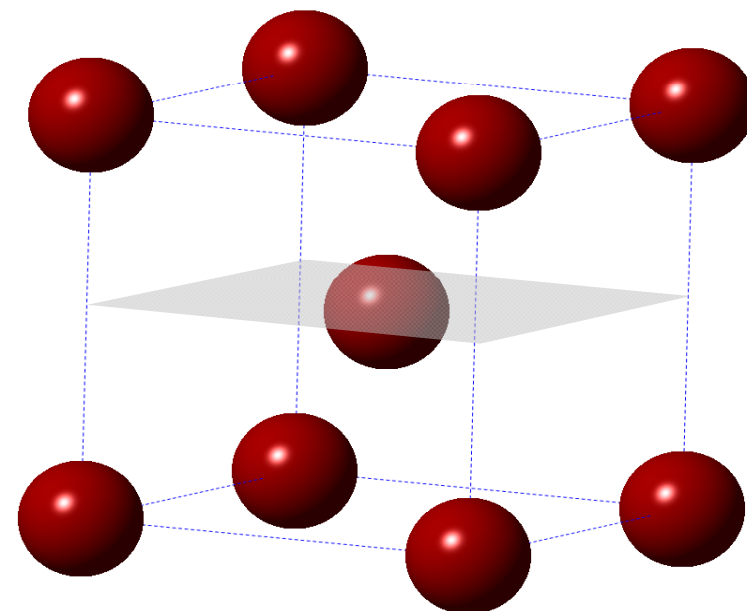
$$\tau = \left(\pi r_0 c \int n_-(\mathbf{r}) n_+(\mathbf{r}) \gamma(n_-) d\mathbf{r} \right)^{-1}$$

doba života $\tau_B = 125$ ps

pozitronová hustota v rovině (002)



bcc Nb

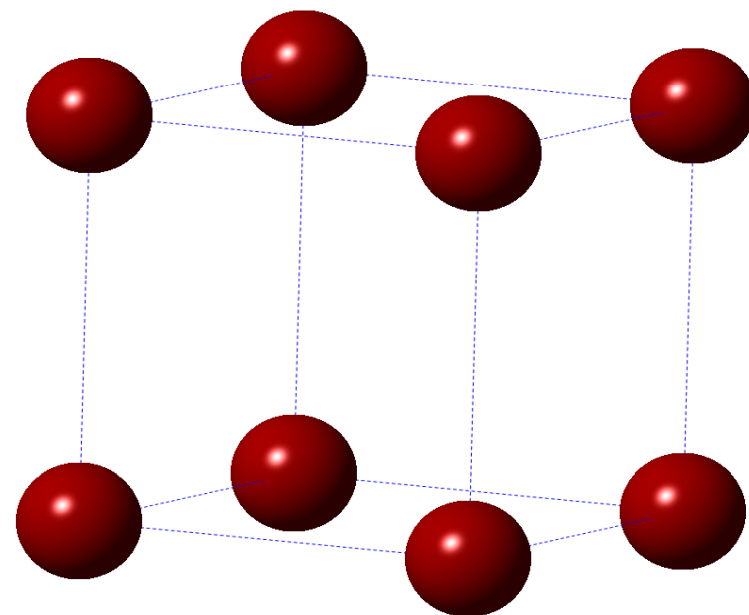


Záchyt pozitronu v defektech

$$\tau = \left(\pi r_0 c \int n_-(\mathbf{r}) n_+(\mathbf{r}) \gamma(n_-) d\mathbf{r} \right)^{-1}$$

doba života $\tau_B = 125 \text{ ps}$

bcc Nb + vakance

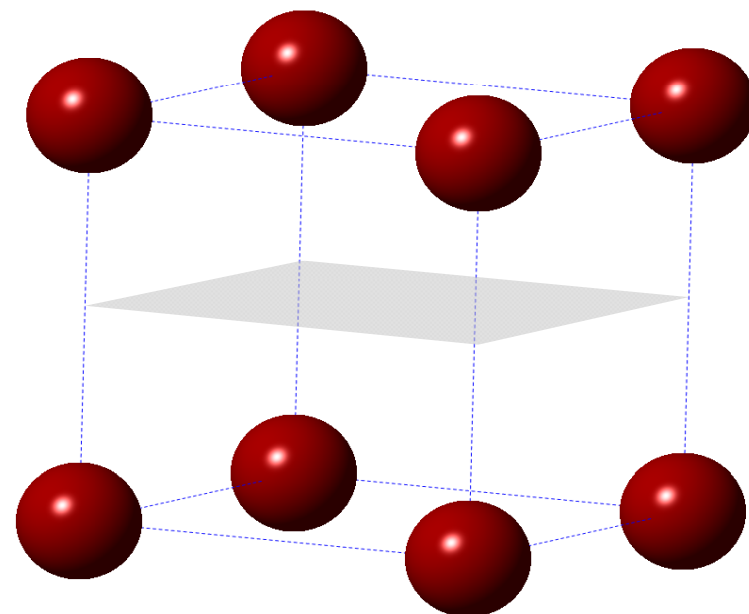


Záchyt pozitronu v defektech

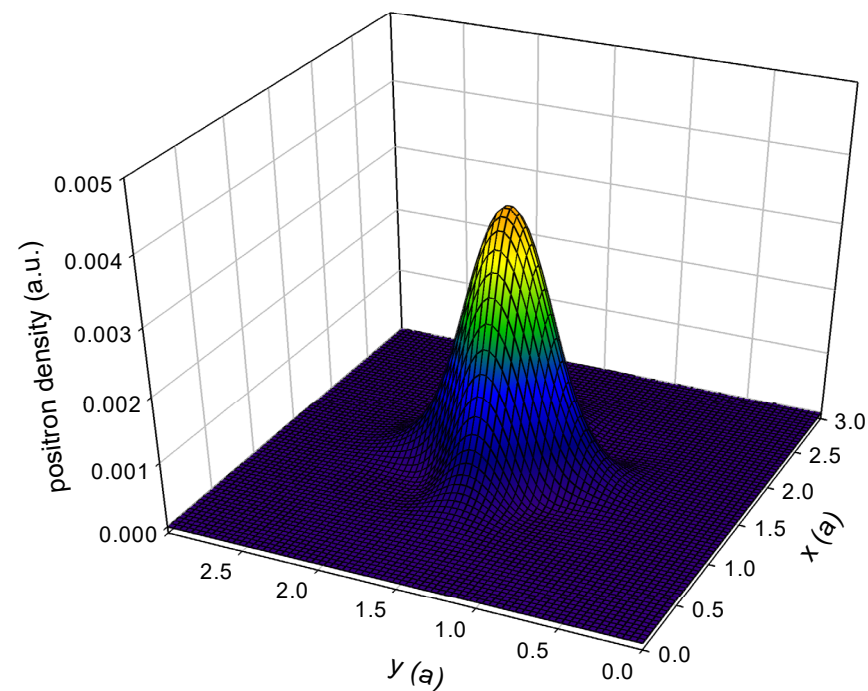
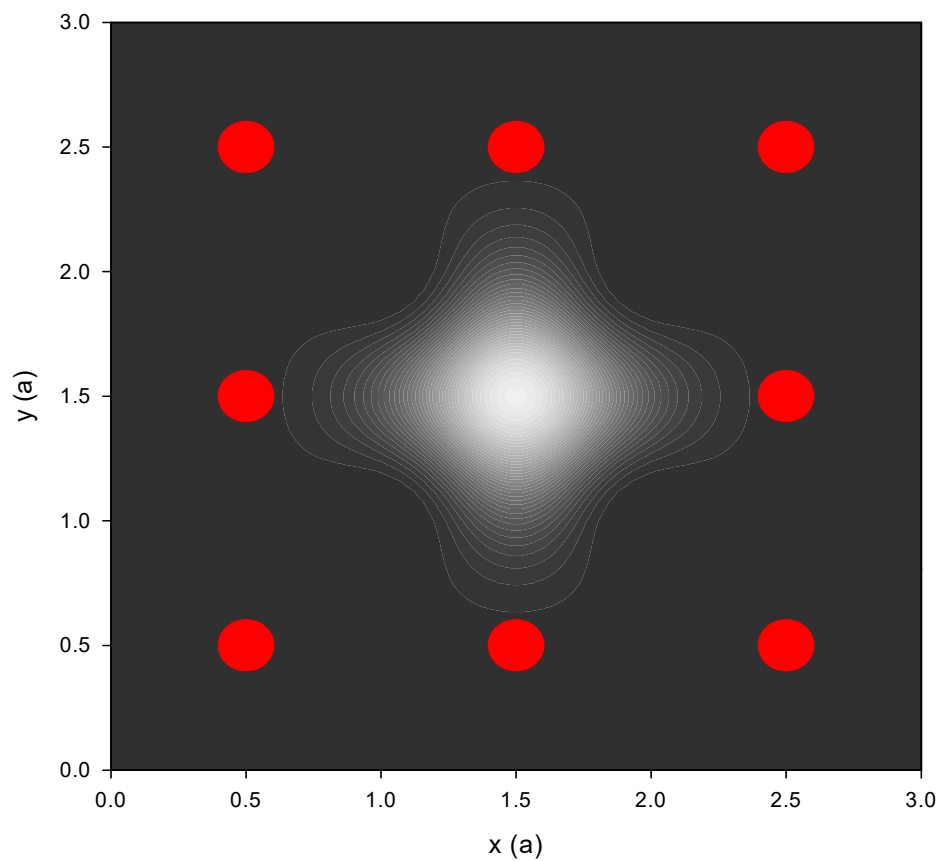
$$\tau = \left(\pi r_0 c \int n_-(\mathbf{r}) n_+(\mathbf{r}) \gamma(n_-) d\mathbf{r} \right)^{-1} \quad \text{volný } e^+ \quad \tau_B = 125 \text{ ps}$$

vakance $\tau_V = 222 \text{ ps}$

bcc Nb + vakance



pozitronová hustota v rovině (002)



Záchyt pozitronu v defektech

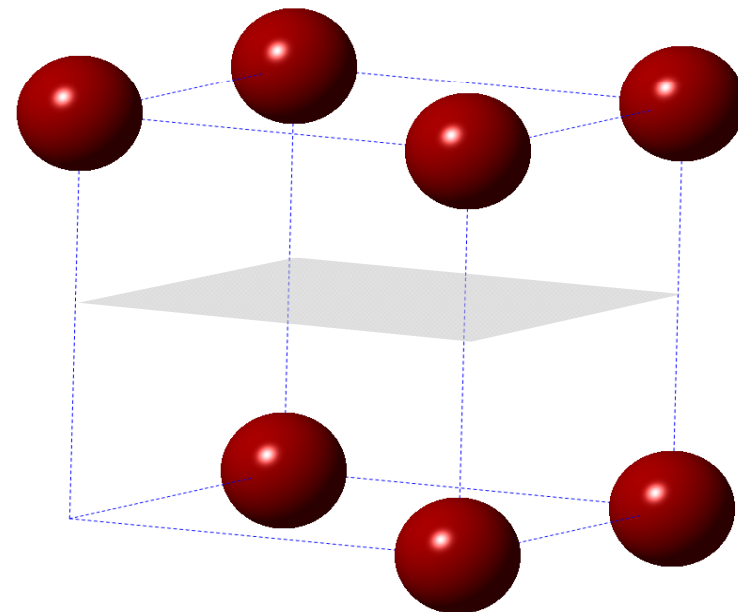
$$\tau = \left(\pi r_0 c \int n_-(\mathbf{r}) n_+(\mathbf{r}) \gamma(n_-) d\mathbf{r} \right)^{-1}$$

volný e^+ $\tau_B = 125$ ps

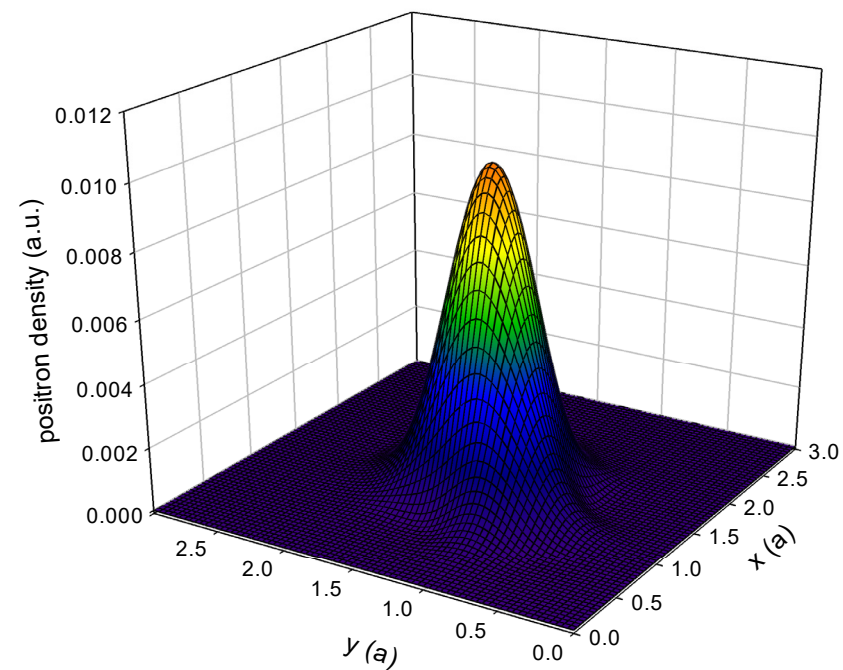
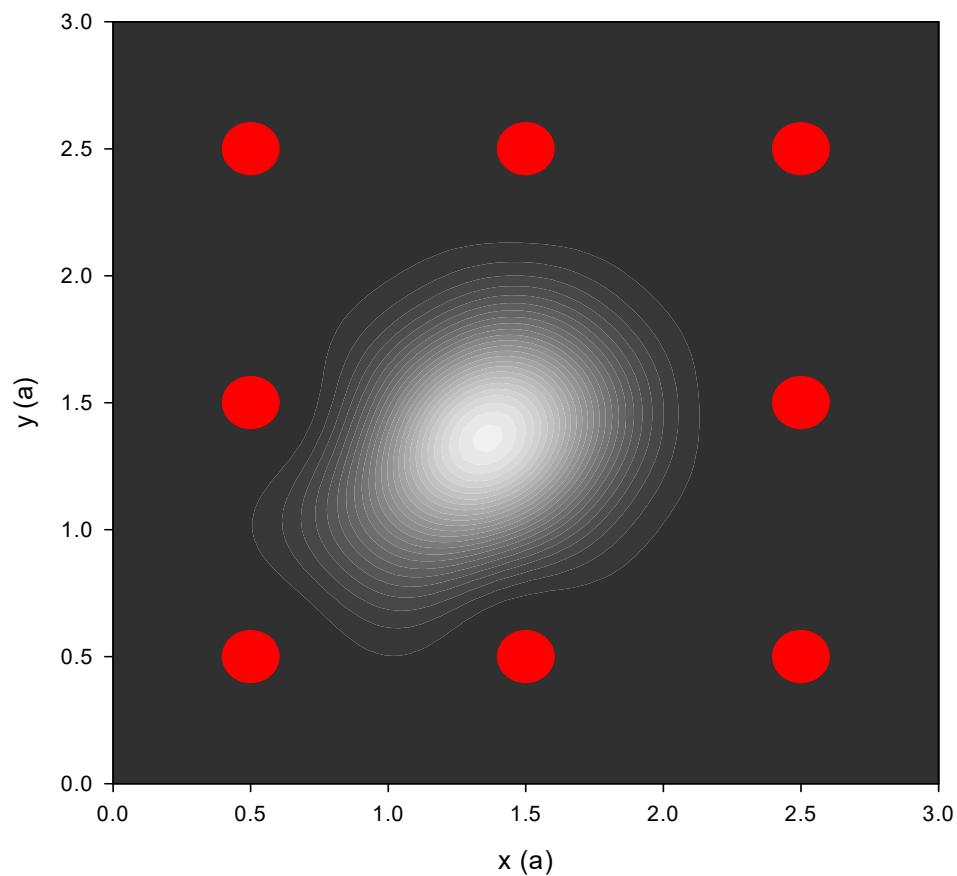
vakance $\tau_V = 222$ ps

divakance $\tau_{2V} = 246$ ps

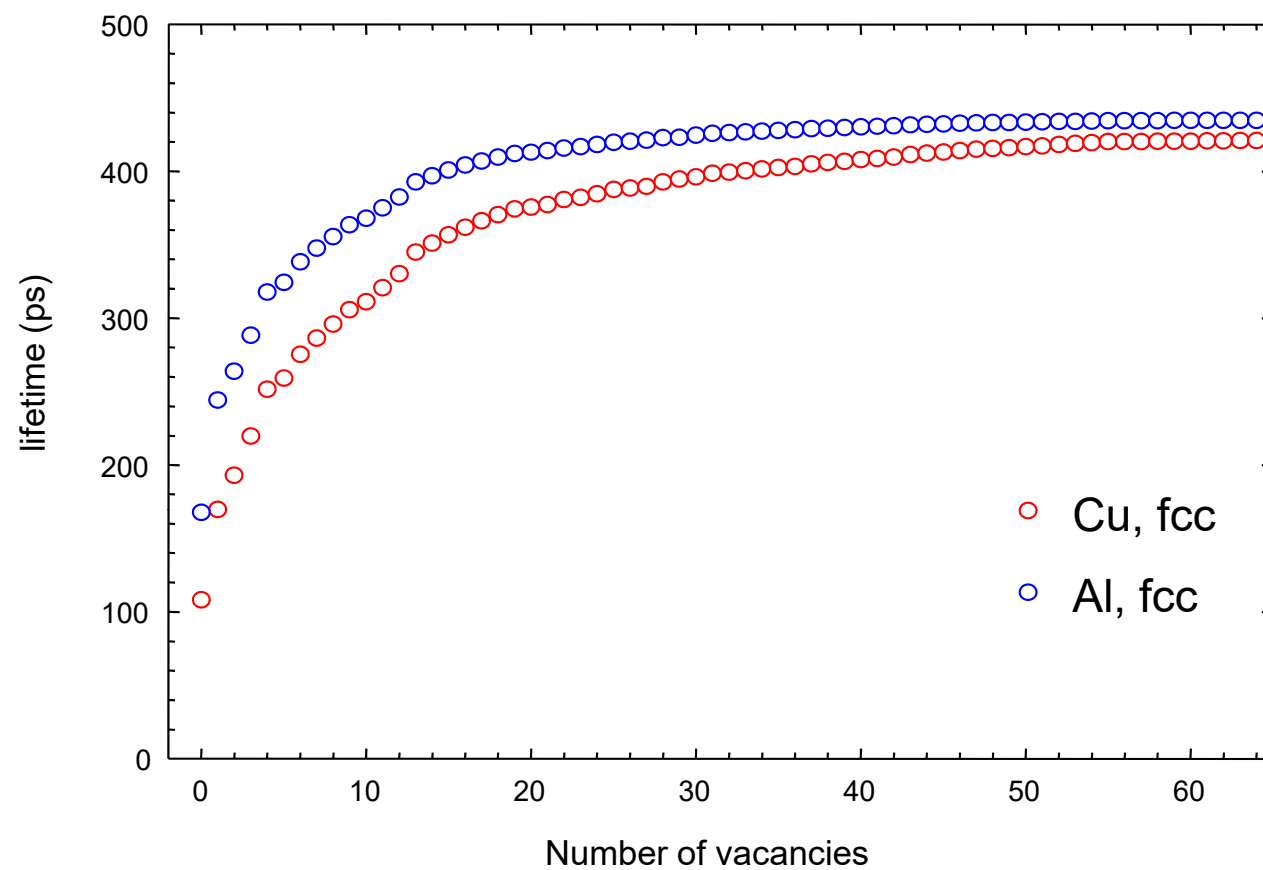
bcc Nb + divakance



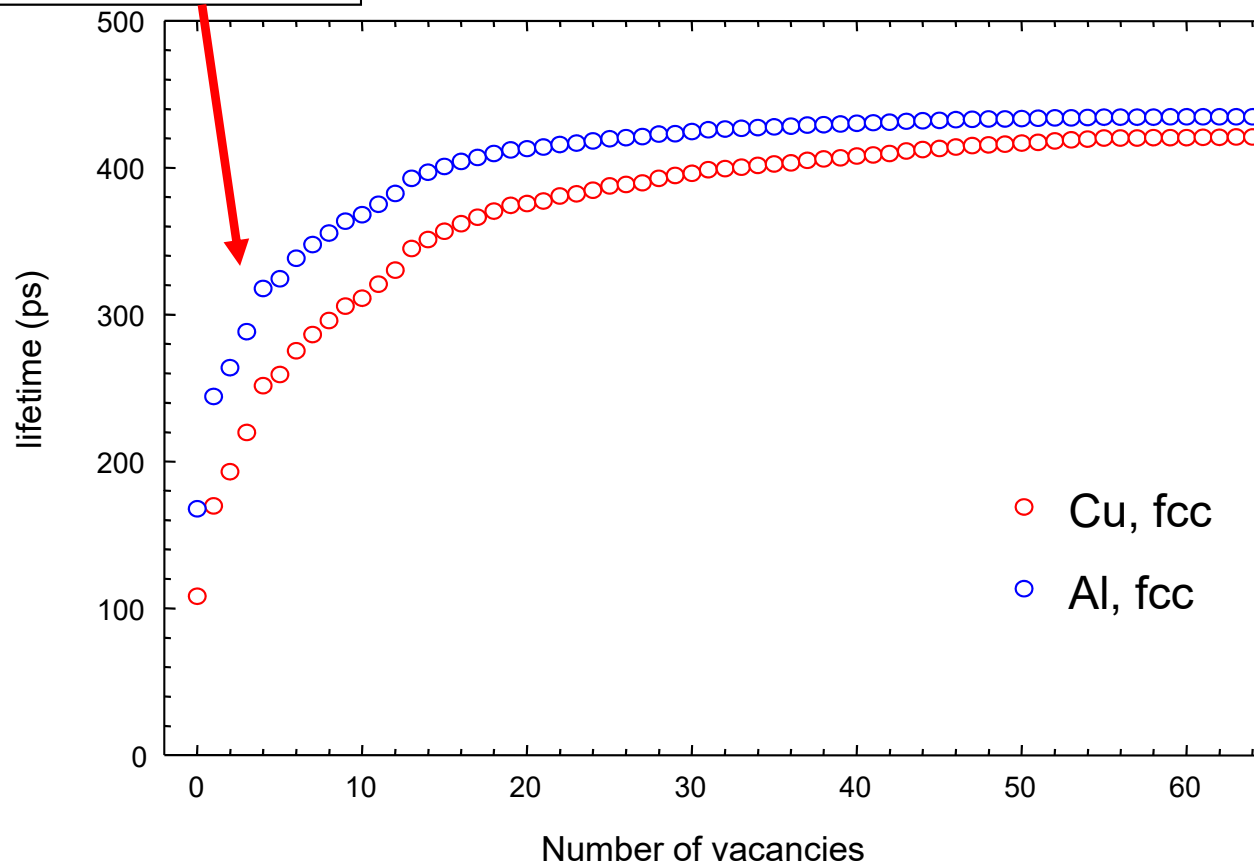
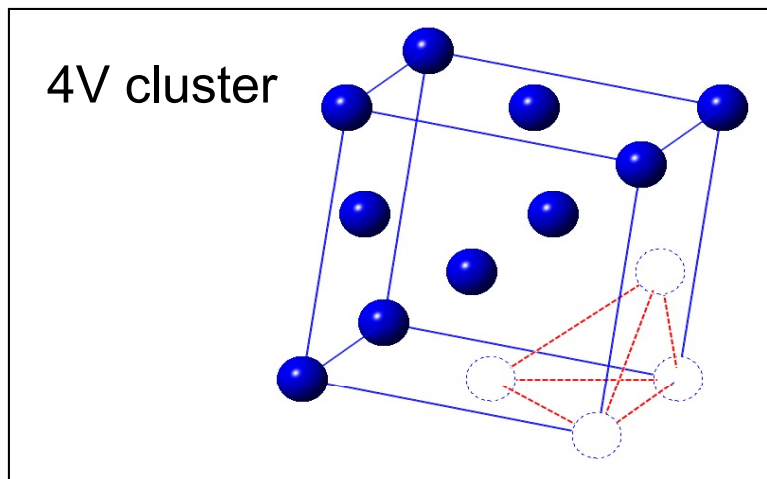
pozitronová hustota v rovině (002)



Záchyt v klastrech vakancí

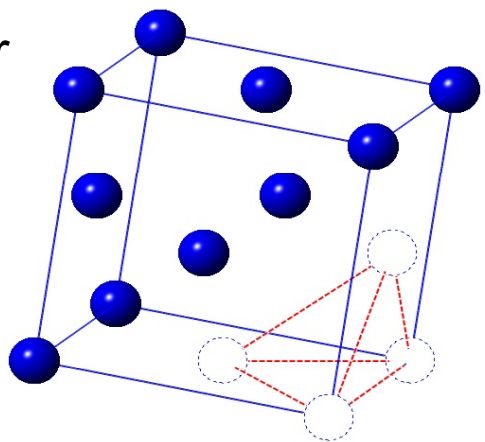


Záchyt v klastrech vakancí

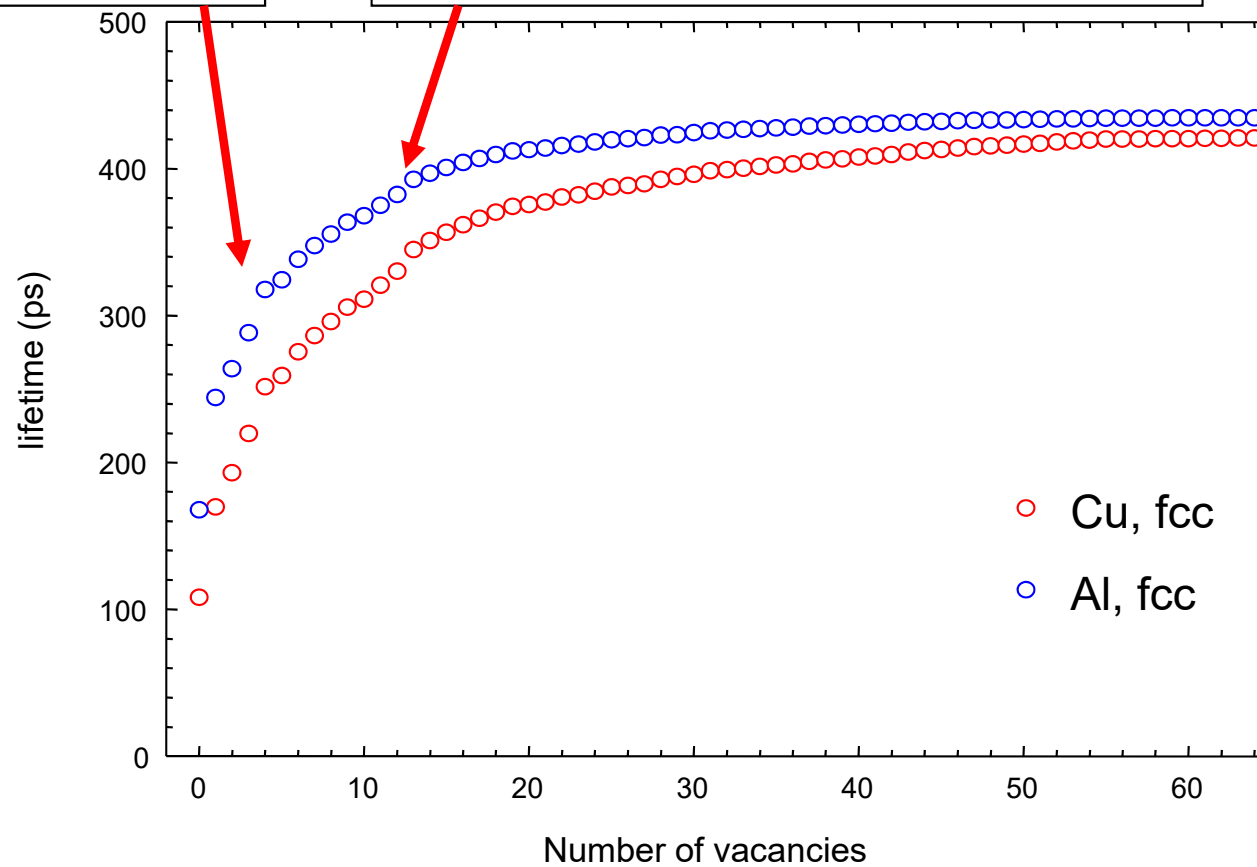
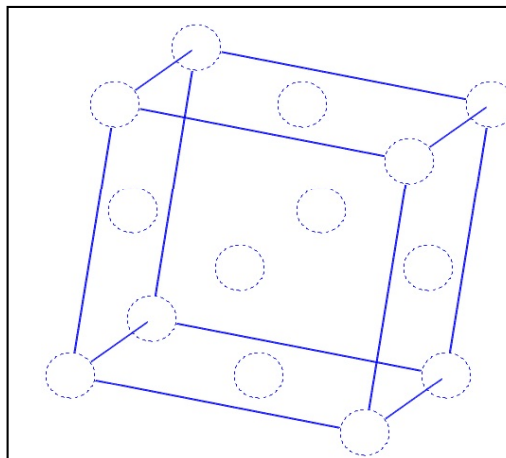


Záchyt v klastrech vakancí

4V cluster



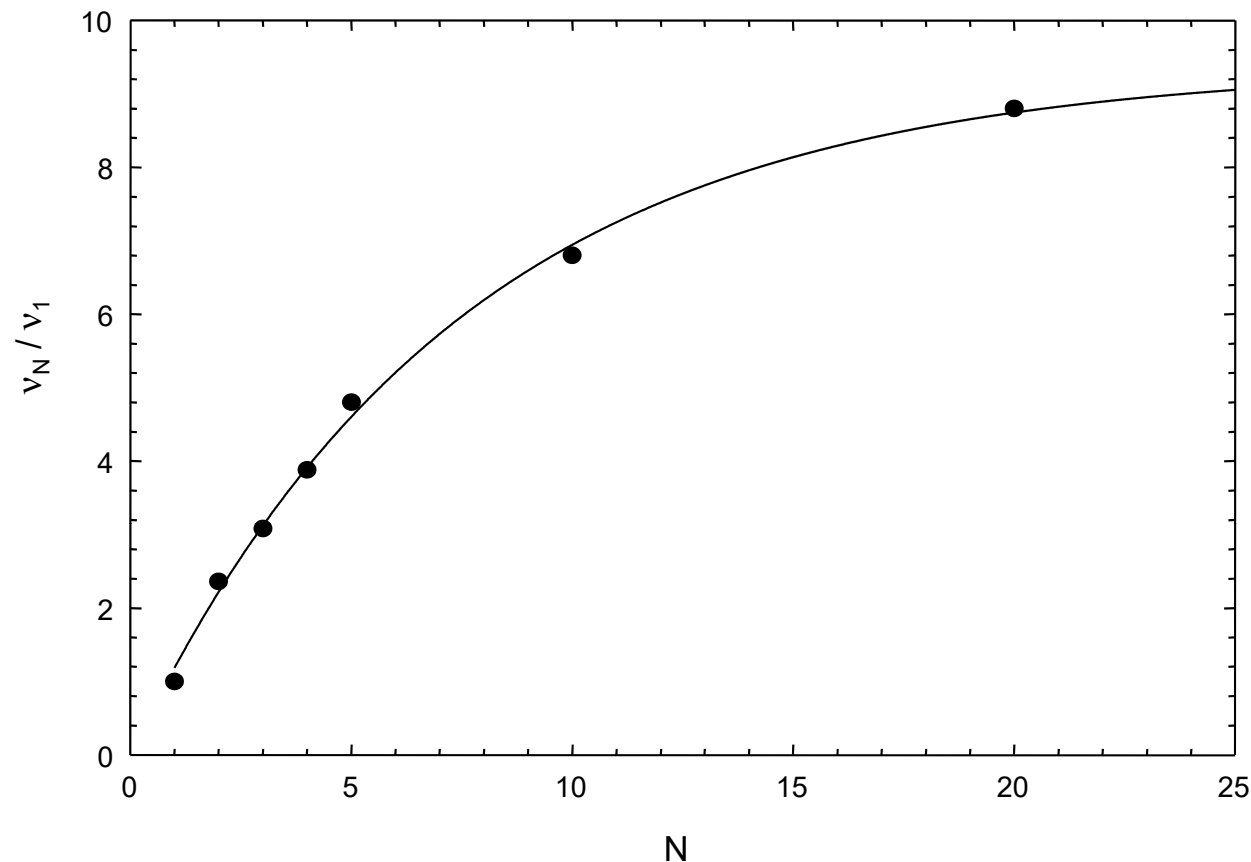
14V cluster



Specifická záchytová rychlost pro klastry vakancí

- specifická záchytová rychlost narůstá s rostoucí velikostí klastru
- malé klastry ($N \leq 10$): $v_N \sim N$
- větší klastry ($N > 10$): v_N se postupně saturuje

R. M. Nieminen, J. Laakkonen, Appl. Phys. 20, 181 (1979)



$$v_N / v_1 \approx a(1 - e^{-bN})$$

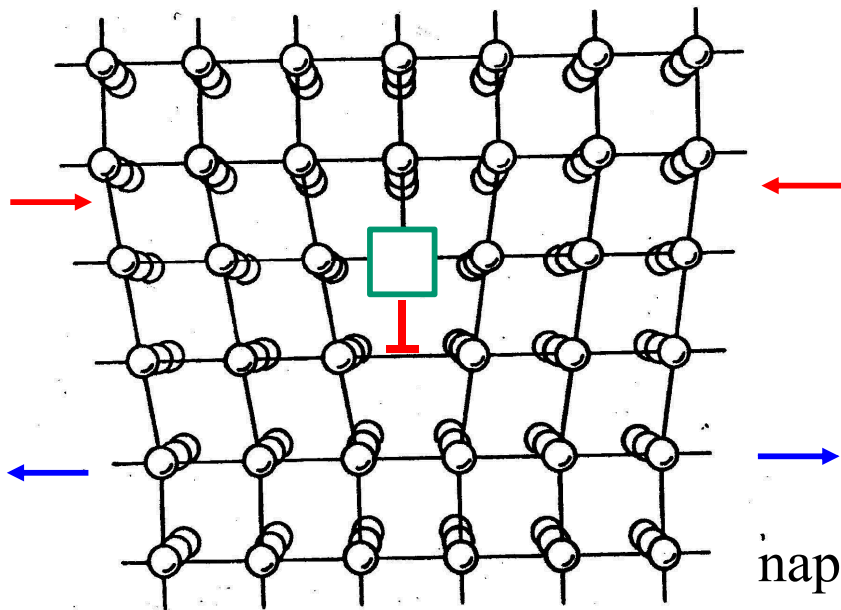
$$a = 9.4$$

$$b = 0.13$$

Záchyt pozitronů v dislokacích

- dislokační čára – mělká záchytová jáma
- záchyt pozitronu v dislokaci → difúze podél dislokační čáry
- konečný záchyt ve vakanci vázané k dislokaci

hranová dislokace

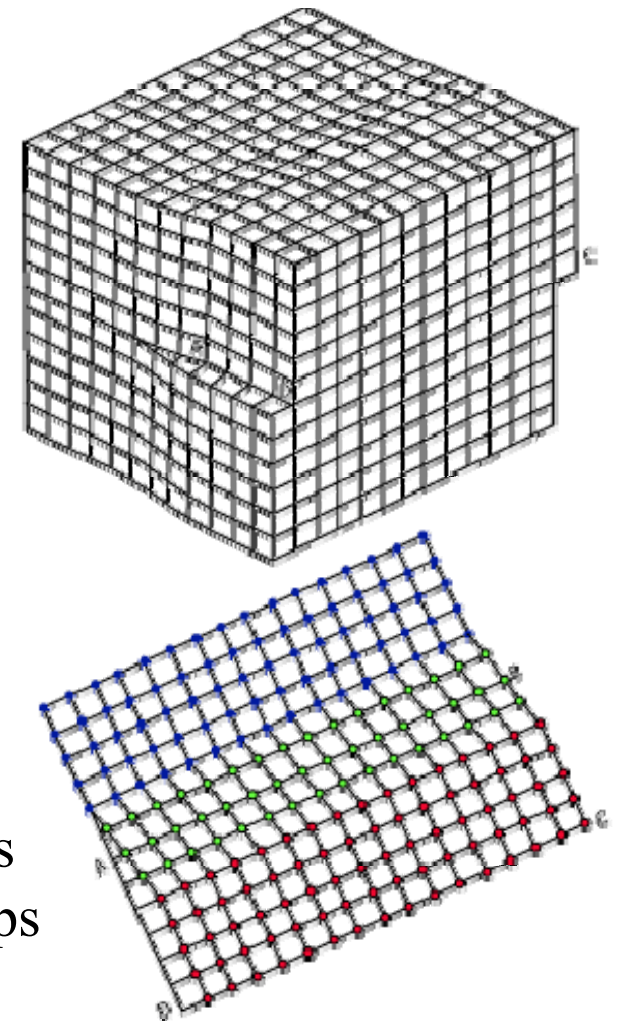


např. Fe

hranová dislokace: $\tau = 165$ ps

šroubová dislokace: $\tau = 142$ ps

šroubová dislokace

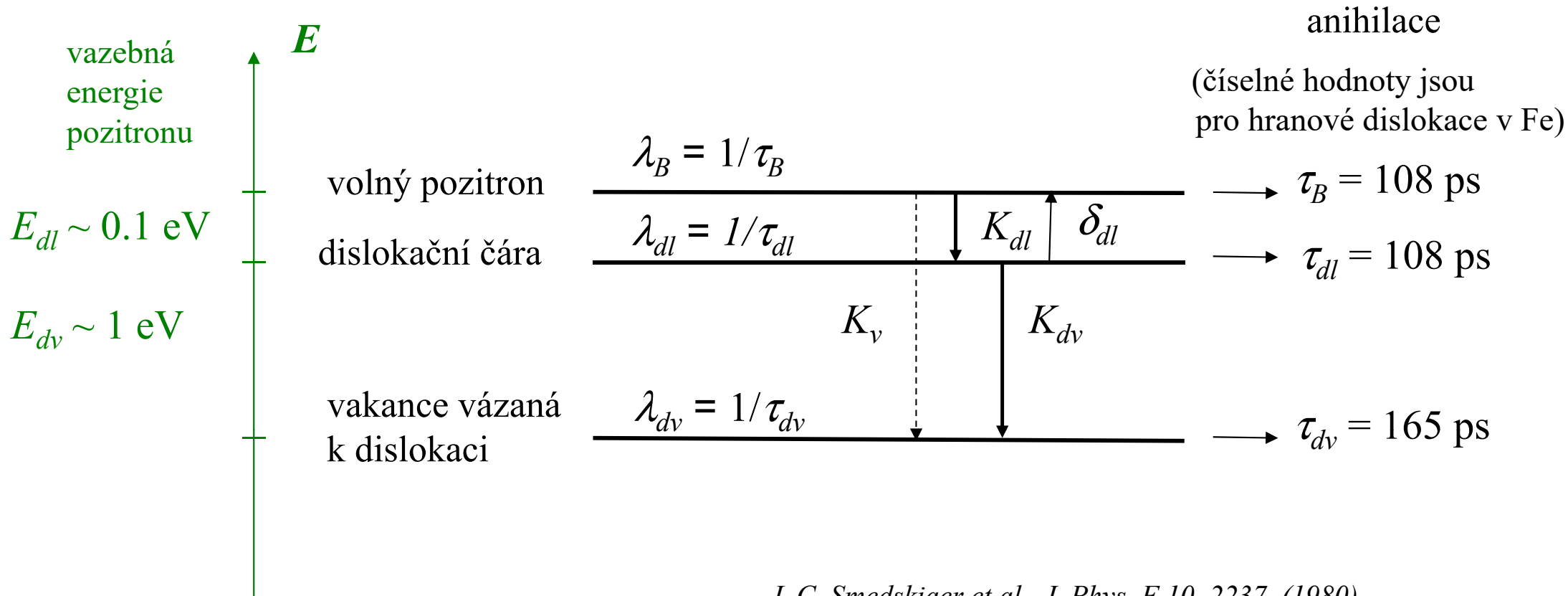


Záchyt pozitronů v dislokacích

- záchyt pozitronů v dislokacích

$$K_v \ll K_{dl} \quad (\text{vakance je bodový defekt, ale dislokace čárový})$$

$$\delta_{dl} \ll K_{dv} \quad (\text{vždy je dostatečná koncentrace vakancí vázaných k dislokacím})$$

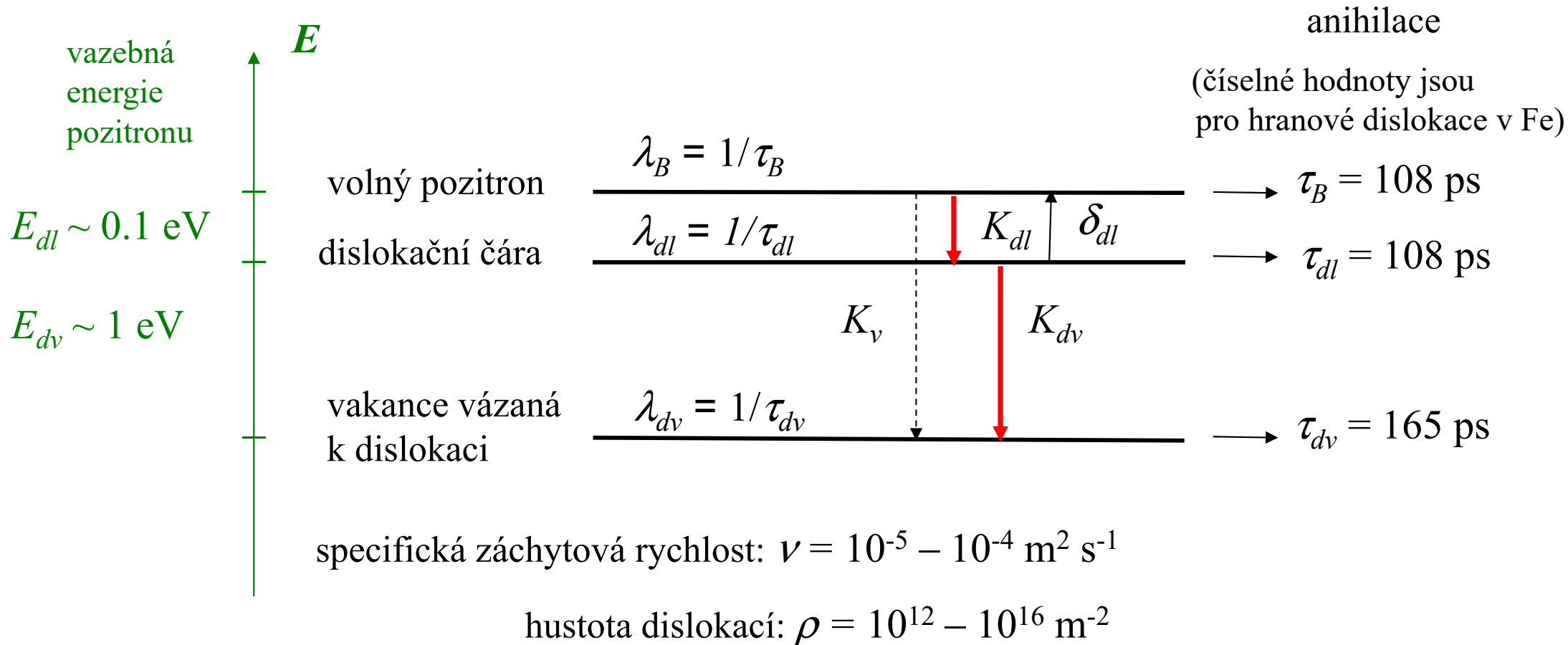


Záchyt pozitronů v dislokacích

- záchyt pozitronů v dislokacích

$$K_v \ll K_{dl} \quad (\text{vakance je bodový defekt, ale dislokace čárový})$$

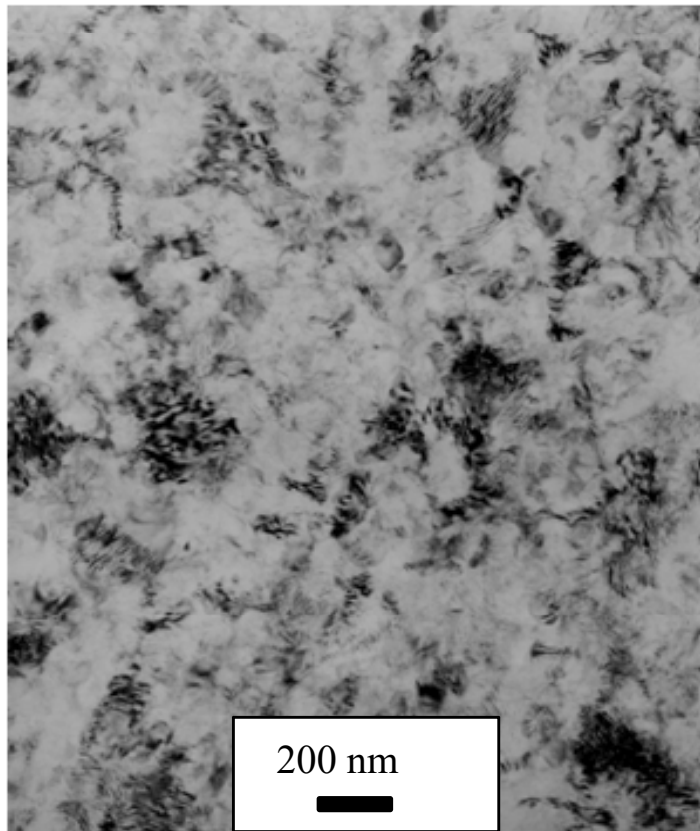
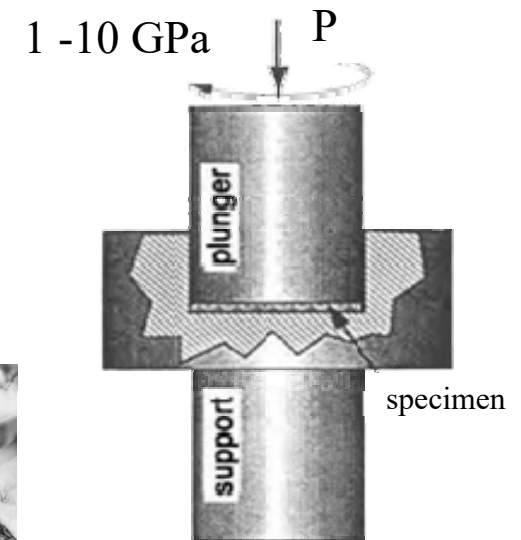
$$\delta_{dl} \ll K_{dv} \quad (\text{vždy je dostatečná koncentrace vakancí vázaných k dislokacím})$$



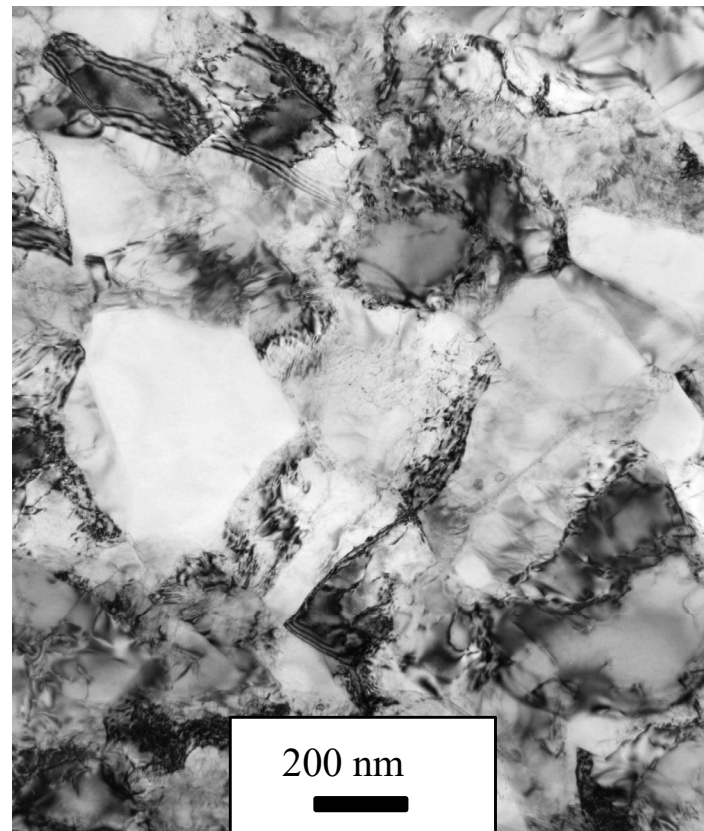
Záchyt pozitronů v dislokacích

torzní deformace
za vysokého tlaku
HPT = high pressure torsion

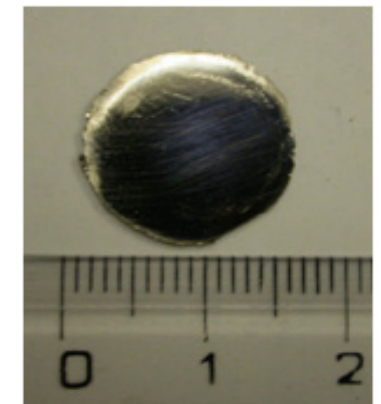
- homogenní rozložení dislokací → **jednoduchý záchytový model**
(hcp struktura, kovy s nízkou energií vrstevné chyby)
- dislokační buněčná sub-struktura → **diffúzní záchytový model**
(fcc a bcc kovy s střední a vysokou energií vrstevné chyby)



HPT-deformovaná slitina Mg-10wt.%Gd



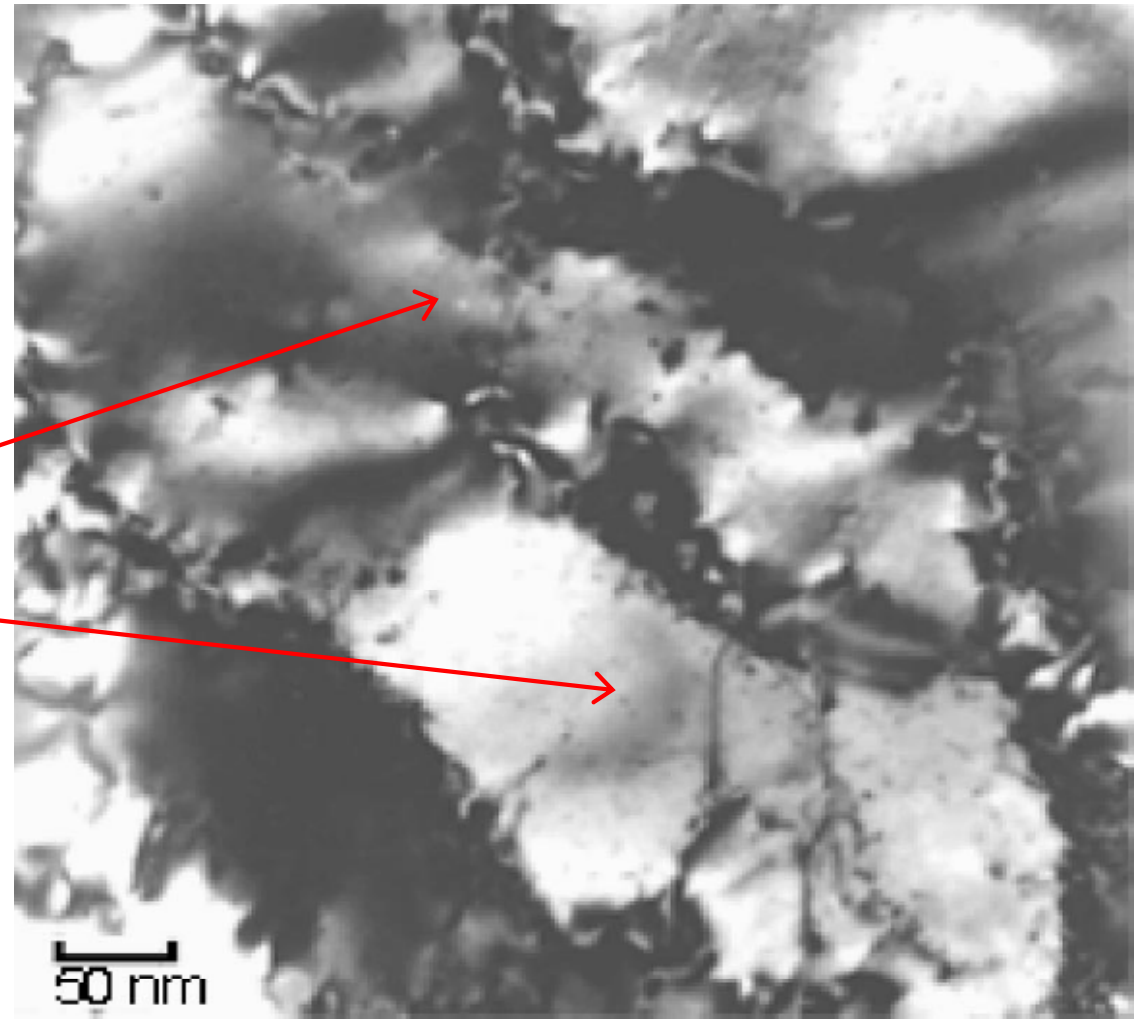
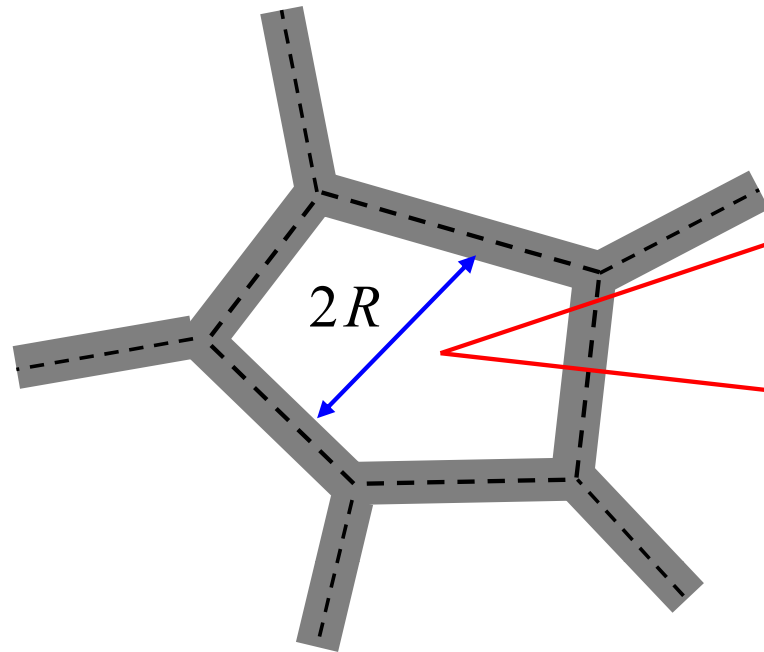
HPT-deformovaná ocel



HPT deformovaný vzorek

Záchyt pozitronů v dislokacích

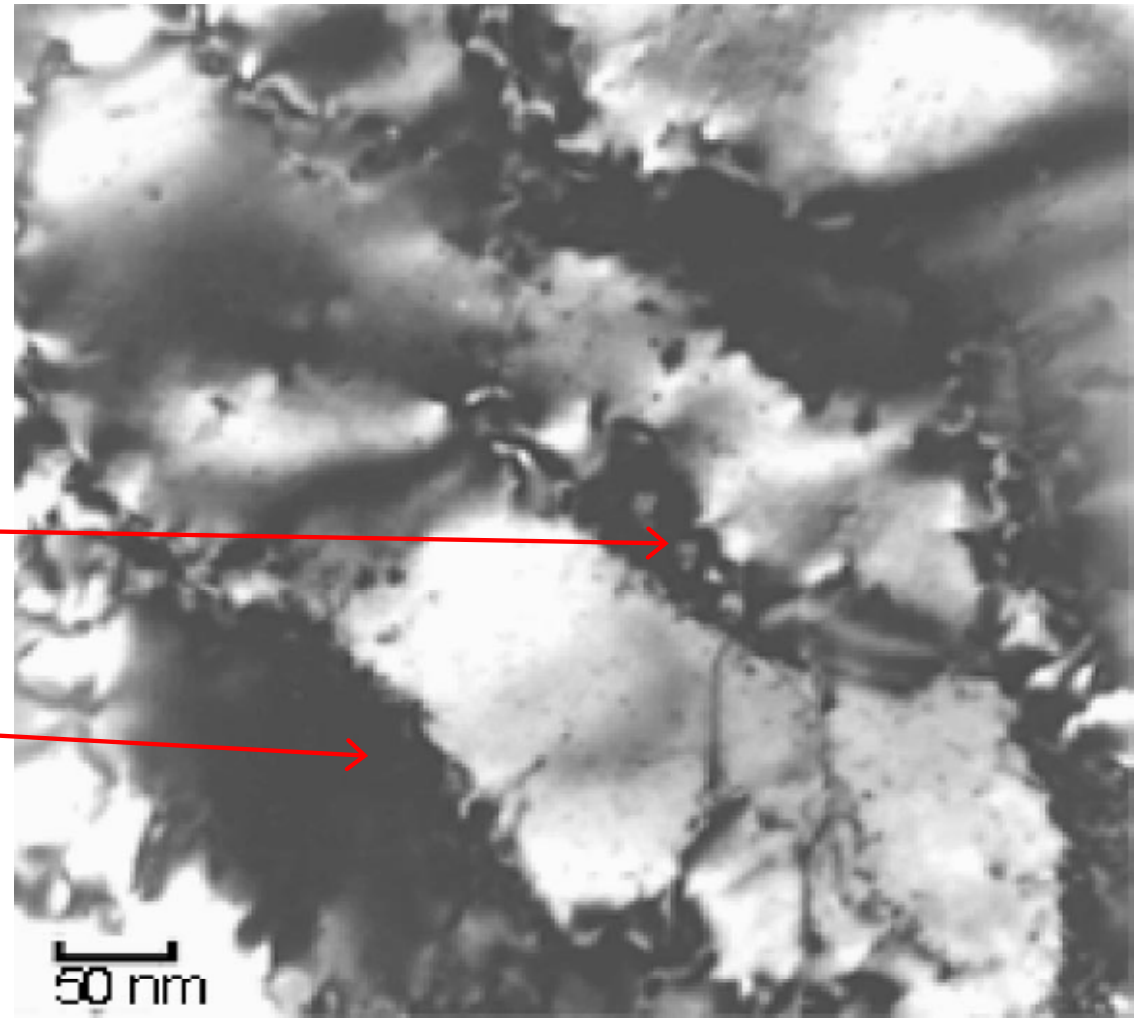
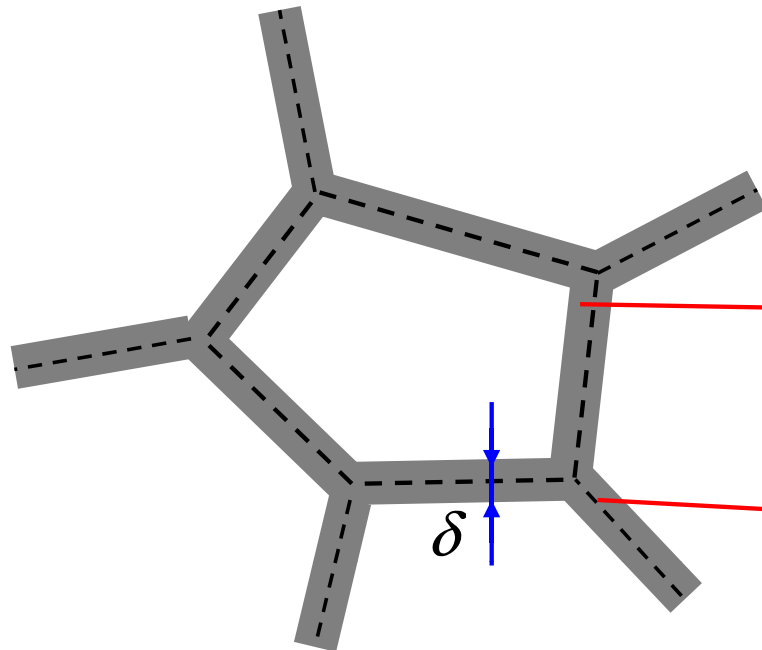
- buněčná dislokační sub-struktura
- dislokační buňky s nízkou hustotou dislokací



Cu deformovaná HPT

Záchyt pozitronů v dislokacích

- buněčná dislokační sub-struktura
- dislokační buňky s nízkou hustotou dislokací
- oddělené dislokačními stěnami



Cu deformovaná HPT

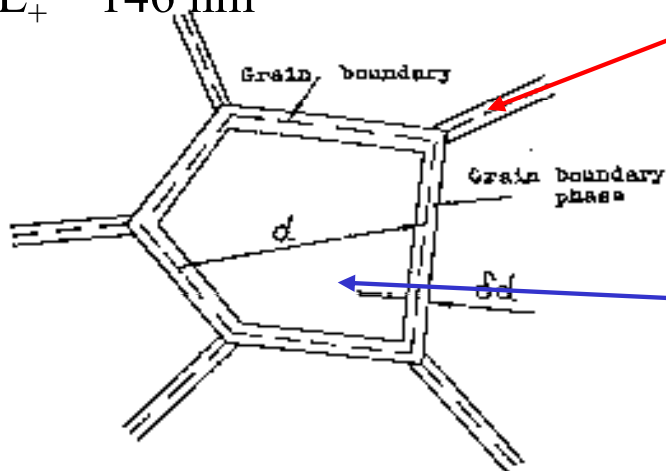
Defekty v UFG kovech připravených HPT

vzorek	τ_1 (ps)	l_1 (ps)	τ_2 (ps)	l_2 (ps)	τ_3 (ps)	l_3 (ps)
Cu (105 nm) HPT p = 6 GPa	-	-	161(3)	64(4)	249(2)	36(4)
Cu (150 nm) HPT p = 3 GPa	-	-	164(1)	83(4)	255(4)	17(4)
Fe (115 nm) HPT p = 6 GPa	-	-	150.9(4)	91(1)	352(6)	9(1)
Ni (120 nm) HPT p = 6 GPa	-	-	156.4(7)	80(1)	336(7)	20(1)

volné pozitrony

střední difúzní délka e^+ :

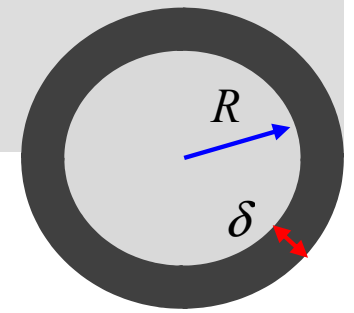
$L_+ = 146$ nm



pozitrony zachycené v
dislokacích
v porušených oblastech
podél hrabic zrn

pozitrony zachycené
v drobných
shlucích vakancí

Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model



termalizace



záchyt v dislokacích

1. pozitrony v porušených oblastech podél hranic zrn

difúze na hranice zrn

$$\frac{\partial n}{\partial t} = D_+ \left(\frac{\partial^2 n}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial n}{\partial r} \right) - (\lambda_B + K_v)n,$$

$$\left(\frac{\partial n}{\partial r} \right)_{r=R} = -\frac{\alpha}{R} n(R, t). \quad \alpha = \frac{K_D \delta R}{D_+}$$

2. pozitrony v zrnech

$$n(r, 0) = \frac{1 - \eta}{4/3 \pi R^3}.$$

$$\eta = \frac{(R + \delta)^3 - R^3}{(R + \delta)^3}$$

anihilace ve volném stavu

záchyt v klastrech vakancí unvnitř zrn

$$n(r, t) = \frac{1 - \eta}{4/3 \pi R^3} \frac{R}{r} \sum_{k=1}^{\infty} a_k \frac{\sin(\beta_k r / R)}{\sin \beta_k} e^{-\lambda_k t},$$

$$\beta_k \cot \beta_k + \alpha - 1 = 0,$$

$$a_k = \frac{2\alpha}{\beta_k^2 + \alpha(\alpha - 1)},$$

$$\lambda_k = \lambda_B + K_v + \frac{\beta_k^2 D_+}{R^2}.$$

Fitování difúzním modelem

objemová frakce porušených oblastí,
velikost zrn,
hustota dislokací, koncentrace klastrů vakancí

Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

termalizace



záchyt v dislokacích

1. pozitrony v porušených oblastech podél hranic zrn

difúze na hranice zrn

$$\frac{\partial n}{\partial t} = D_+ \left(\frac{\partial^2 n}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial n}{\partial r} \right) - (\lambda_B + K_v)n,$$

$$\left(\frac{\partial n}{\partial r} \right)_{r=R} = -\frac{\alpha}{R} n(R, t). \quad \alpha = \frac{K_D \delta R}{D_+}$$

2. pozitrony v zrnech

$$n(r, 0) = \frac{1 - \eta}{4/3 \pi R^3}.$$

$$\eta = \frac{(R + \delta)^3 - R^3}{(R + \delta)^3}$$

anihilace ve volném stavu

záchyt v klastrech vakancí uvnitř zrn

$$N_f(t) = \oint n(\mathbf{r}, t) d\mathbf{r} = 4\pi \int_0^R n(r, t) r^2 dr$$

$$N_D = \eta e^{-\lambda_D t} + 3\alpha(1 - \eta) \frac{D_+}{R^2}$$

$$\times \sum_{k=1}^{\infty} a_k \frac{1}{\lambda_k - \lambda_D} (e^{-\lambda_D t} - e^{-\lambda_k t})$$

$$N_v = 3(1 - \eta) \alpha \frac{D_+}{R^2} \sum_{k=1}^{\infty} a_k \frac{K_v (e^{-\lambda_v t} - e^{-\lambda_k t})}{(\lambda_k - \lambda_B - K_v)(\lambda_k - \lambda_v)}$$

Fitování difúzním modelem

objemová frakce porušených oblastí,
velikost zrn,

hustota dislokací, koncentrace klastrů vakancí

Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

termalizace



1. pozitrony v porušených oblastech podél hranic zrn

záchyt v dislokacích

difúze na hranice zrn

$$\frac{\partial n}{\partial t} = D_+ \left(\frac{\partial^2 n}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial n}{\partial r} \right) - (\lambda_B + K_v)n,$$

$$\left(\frac{\partial n}{\partial r} \right)_{r=R} = -\frac{\alpha}{R} n(R, t). \quad \alpha = \frac{K_D \delta R}{D_+}$$

2. pozitrony v zrnech

$$n(r, 0) = \frac{1 - \eta}{4/3 \pi R^3}.$$

$$\eta = \frac{(R + \delta)^3 - R^3}{(R + \delta)^3}$$

anihilace ve volném stavu

záchyt v klastrech vakancí unvnitř zrn

$$S(t) = \sum_k \frac{1}{t_k} i_k e^{-t/t_k} + \frac{1}{\tau_2} I_2 e^{-t/\tau_2} + \frac{1}{\tau_3} I_3 e^{-t/\tau_3}$$

$$i_k = 3\alpha(1-\eta) \frac{D_+}{R^2} a_k \left(\frac{1}{\lambda_k - \lambda_B - K_v} - \frac{1}{\lambda_k - \lambda_D} - \frac{K_v}{(\lambda_k - \lambda_B - K_v)(\lambda_k - \lambda_v)} \right),$$

$$t_k = \left(\lambda_B + K_v + \frac{\beta_k^2 D_+}{R^2} \right)^{-1},$$

$$I_2 = \eta + 3\alpha(1-\eta) \frac{D_+}{R^2} \sum_{k=1}^{\infty} a_k \frac{1}{\lambda_k - \lambda_D},$$

$$\tau_2 = \frac{1}{\lambda_D},$$

$$I_3 = 3\alpha(1-\eta) \frac{D_+}{R^2} \sum_{k=1}^{\infty} a_k \frac{K_v}{(\lambda_k - \lambda_B - K_v)(\lambda_k - \lambda_v)},$$

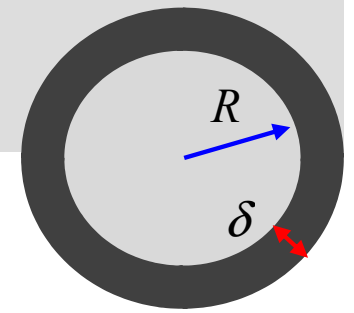
$$\tau_3 = \frac{1}{\lambda_v}.$$

Fitování difúzním modelem

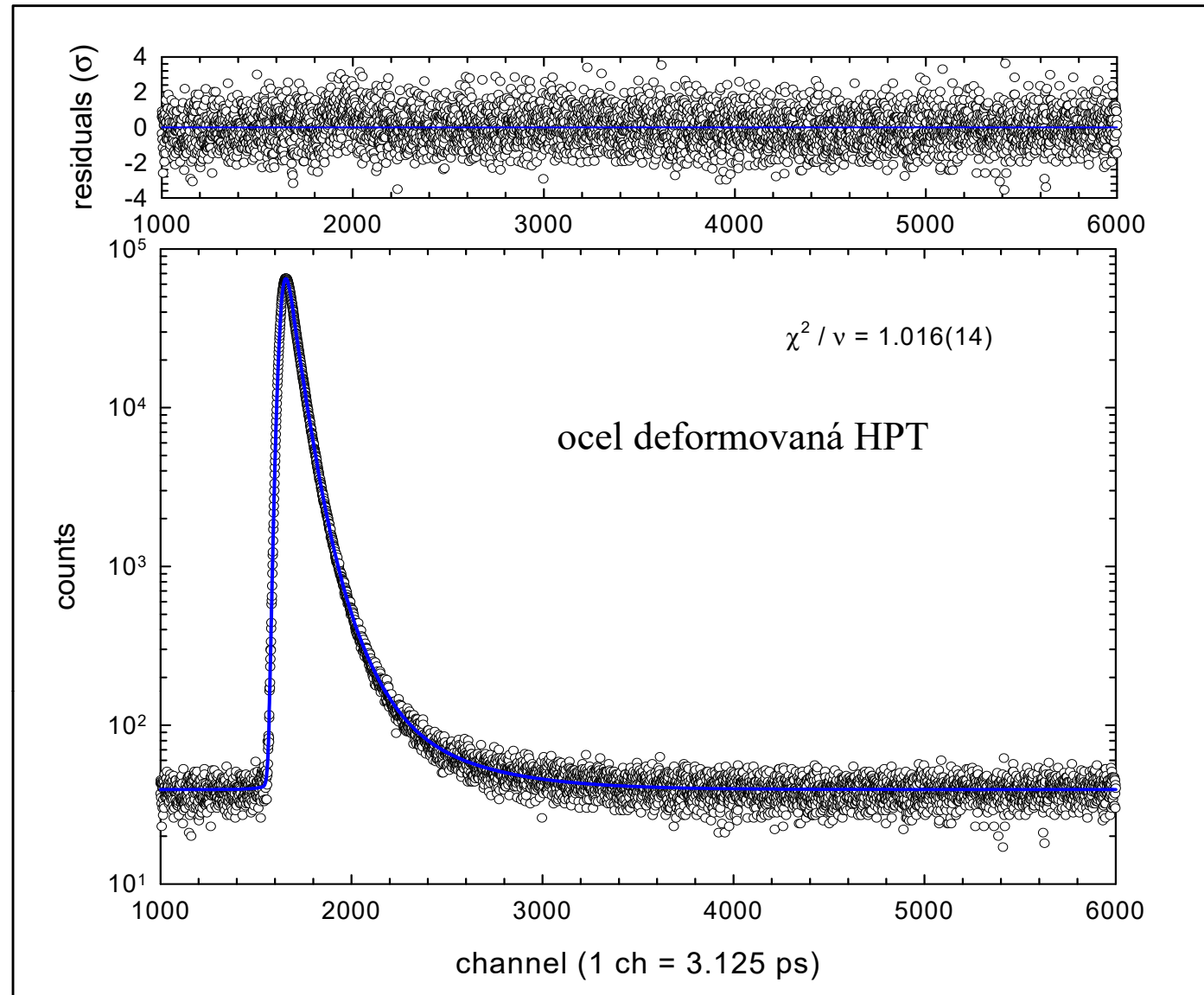
objemová frakce porušených oblastí,
velikost zrn,

hustota dislokací, koncentrace klastrů vakancí

Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model



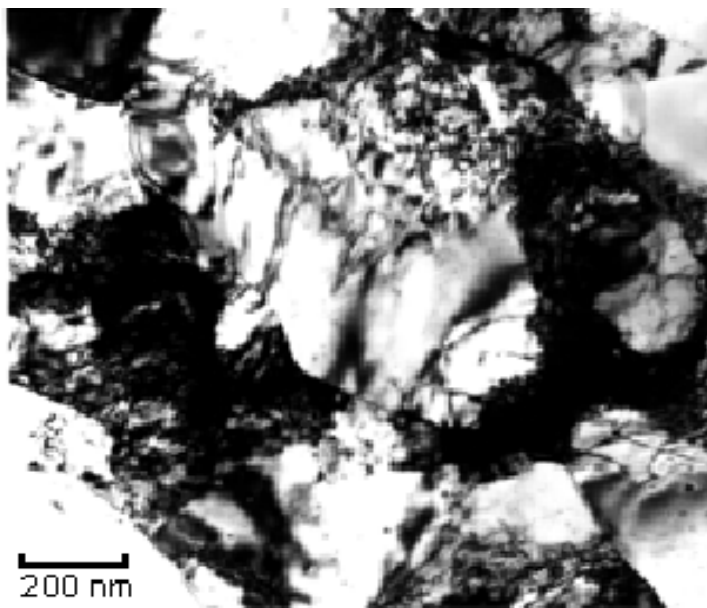
- přímé fitování spektra dob života e^+ difúzním záchytovým modelem
- z fitu získáme mikrostrukturní parametry:
 - velikost buněk $2R$
 - střední hustotu dislokací ρ
 - objemovou frakci dislokačních stěn η
 - koncentrace klastrů vakancí c
 - podíl šroubových a hranových dislokací f_{screw}



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

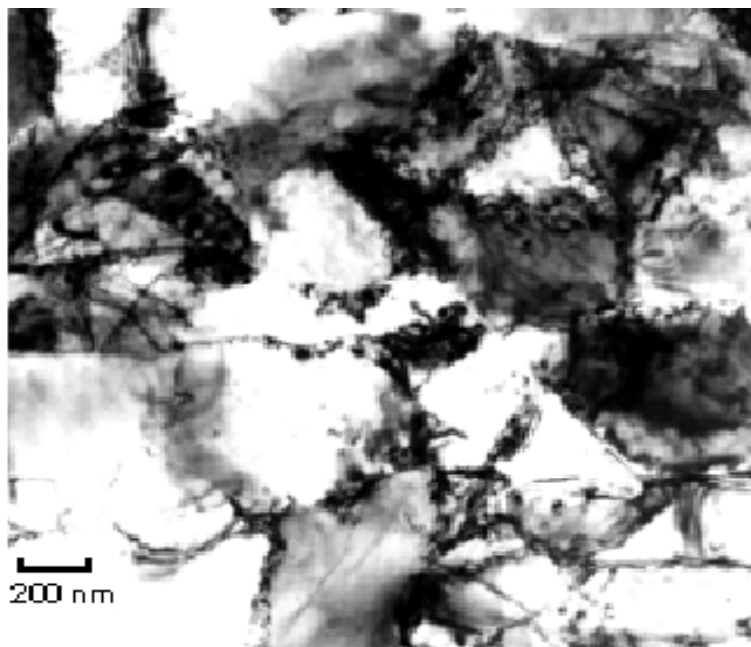
deformovaný stav



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

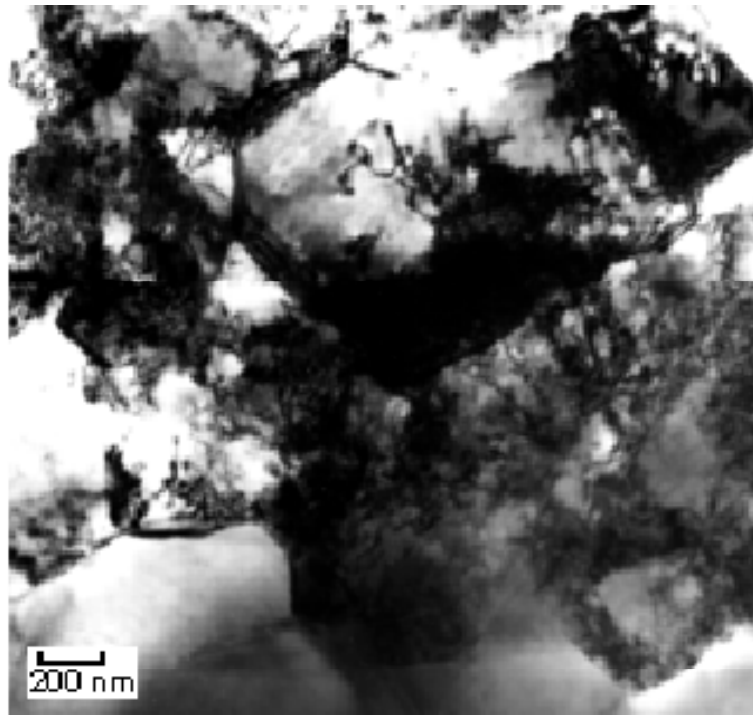
130 °C - beze změn



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

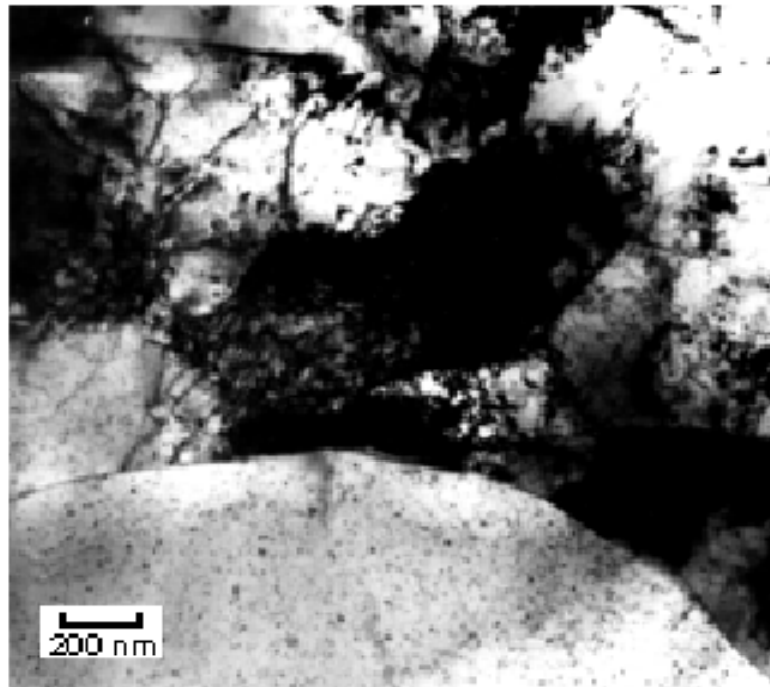
160 °C – abnormální růst zrn



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

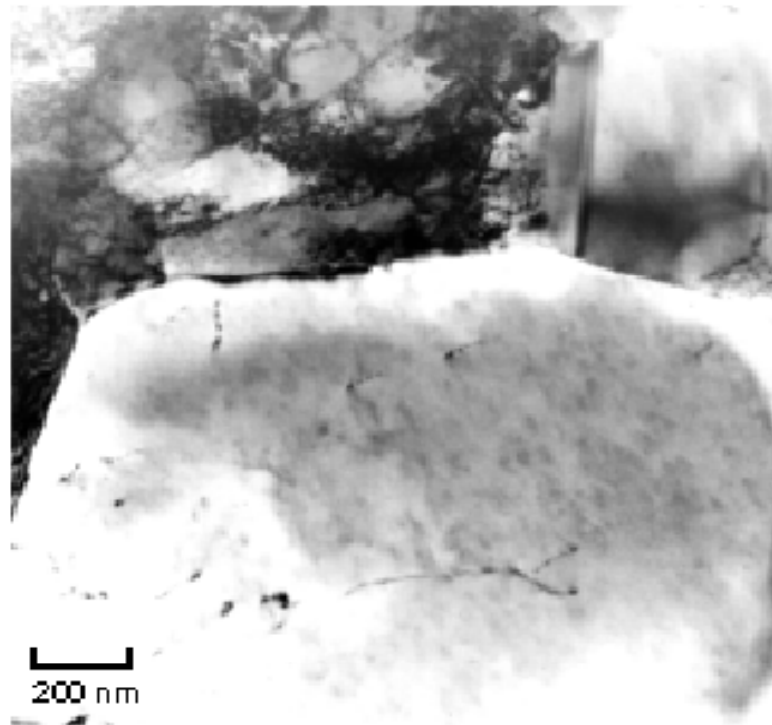
250 °C – abnormální růst zrn



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

280 °C – začátek rekrystalizace



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3 \text{ GPa}$, $N = 6$

400 °C – plně rekrystalizovaná struktura



deformovaný stav

relaxace napětí

150 nm

abnormální růst zrn

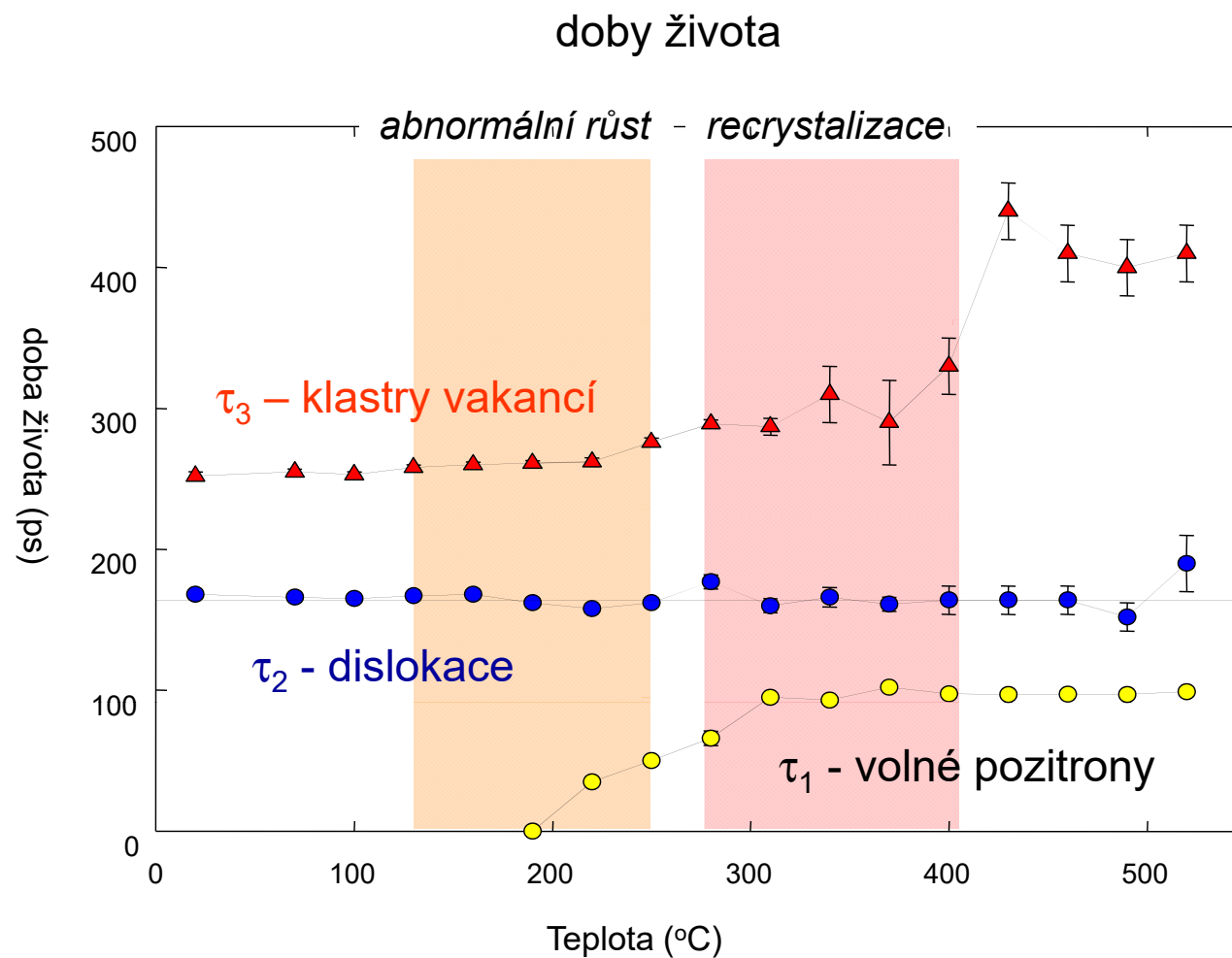
150 nm + a několik 2-3 μm

rekrystalizace

$\sim 3 \mu\text{m}$

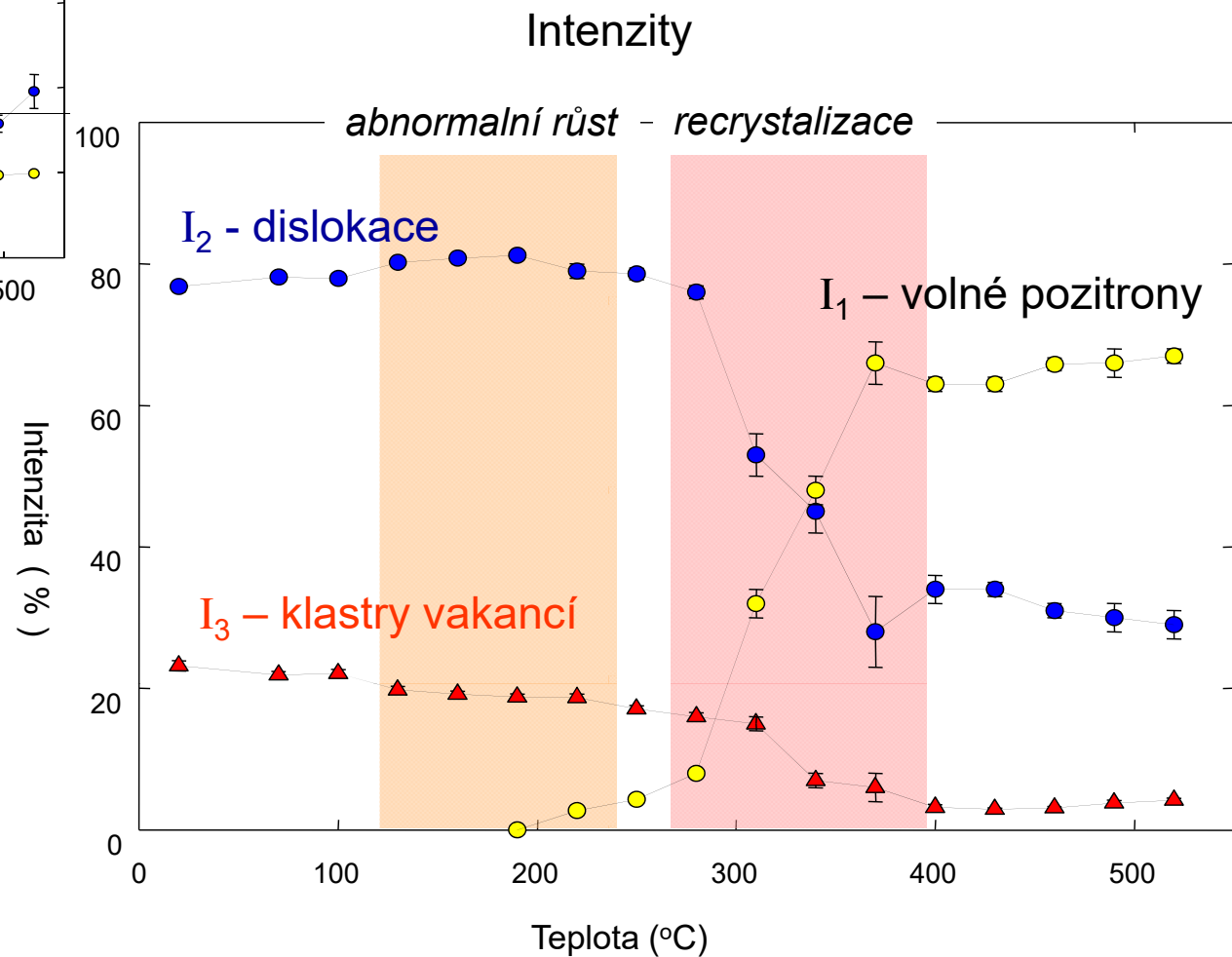
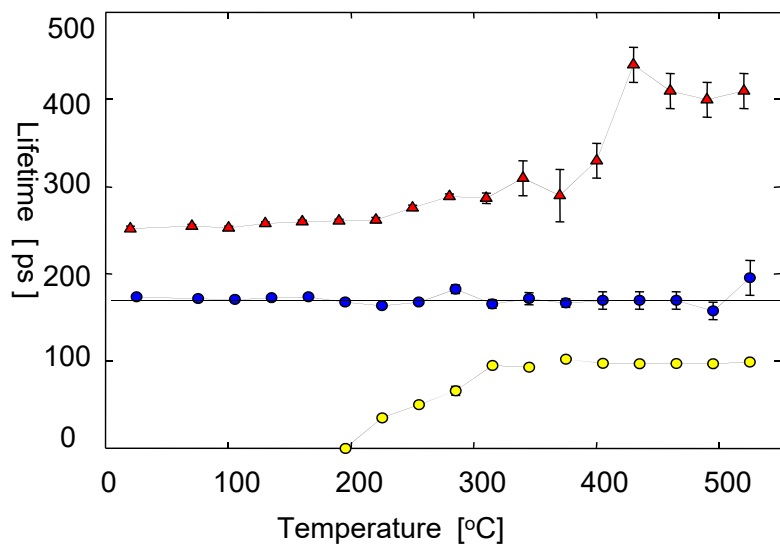
Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3 \text{ GPa}$, $N = 6$



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

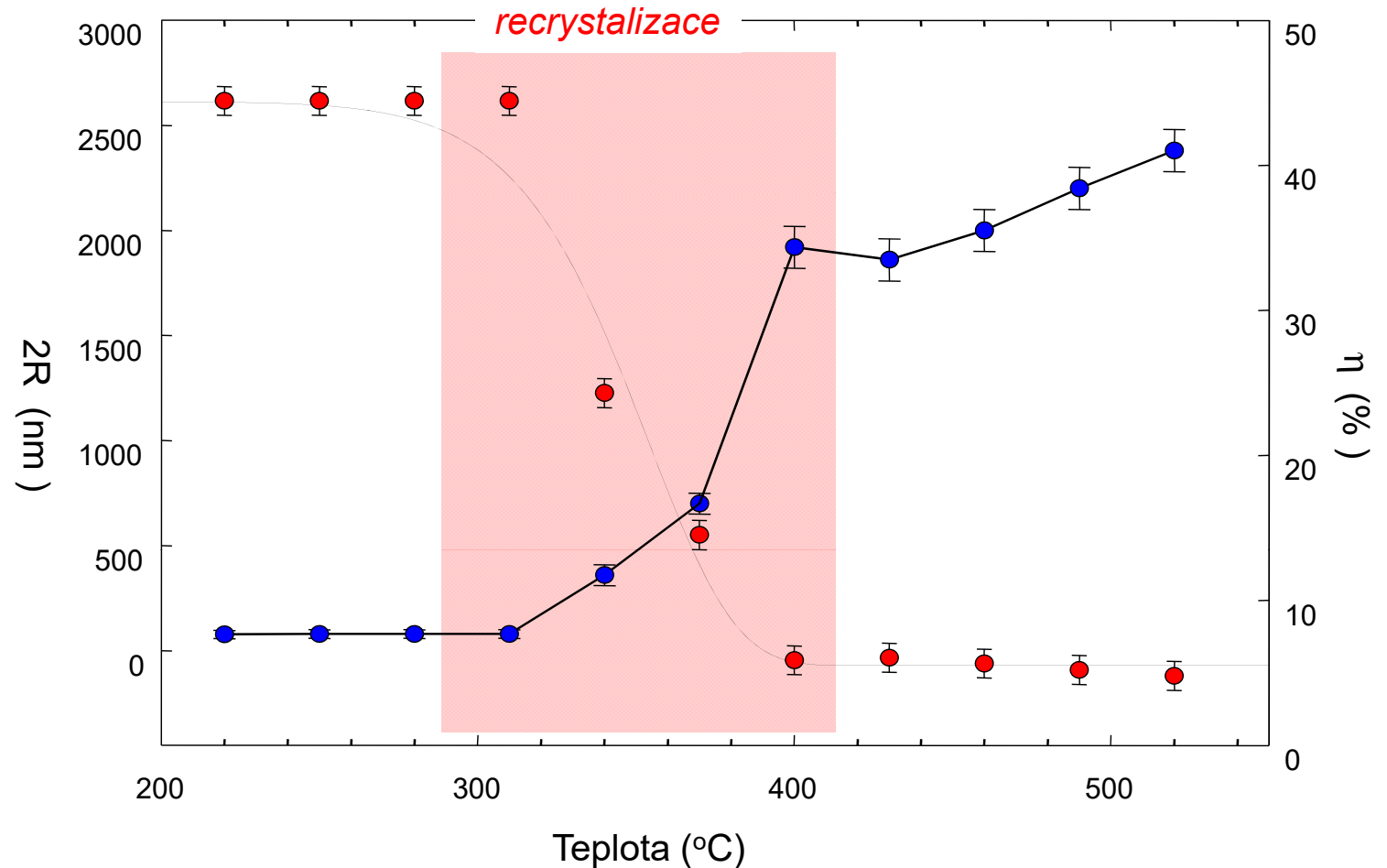
HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$



Záchyt pozitronů v dislokacích – difúzní záchytový model

HPT deformovaná Cu, $p = 3$ GPa, $N = 6$

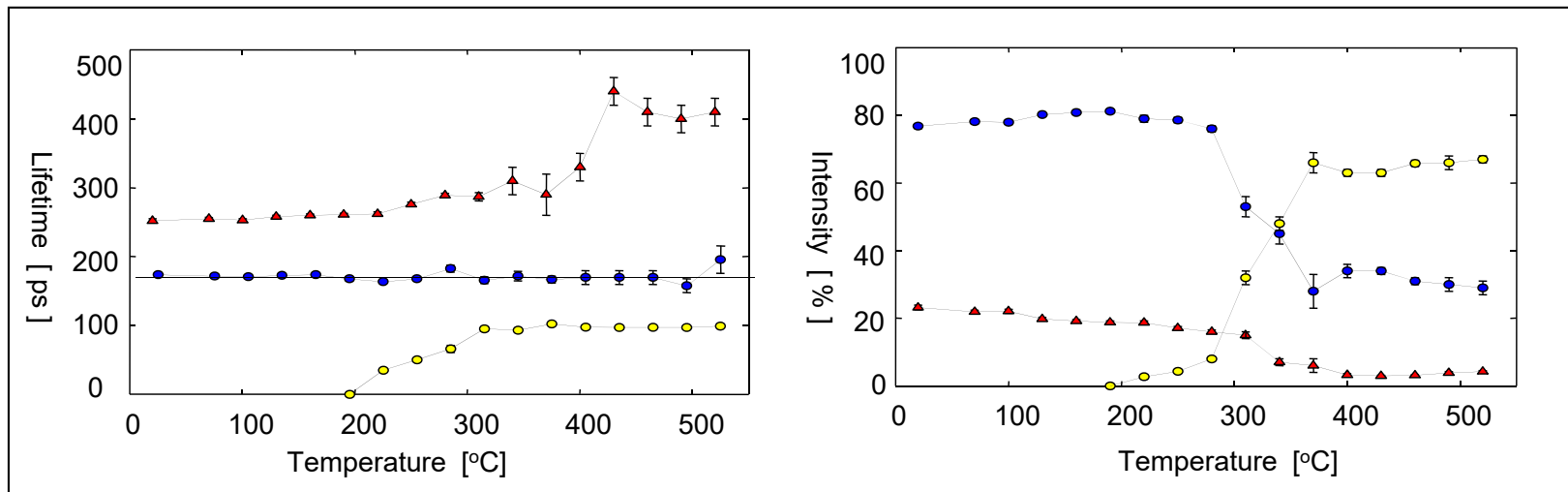
$$\eta = (\eta_1 - \eta_2) \exp\left(-K_0 \int \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \times (T/v_a - t_1)^{n-1} dT\right) + \eta_2,$$



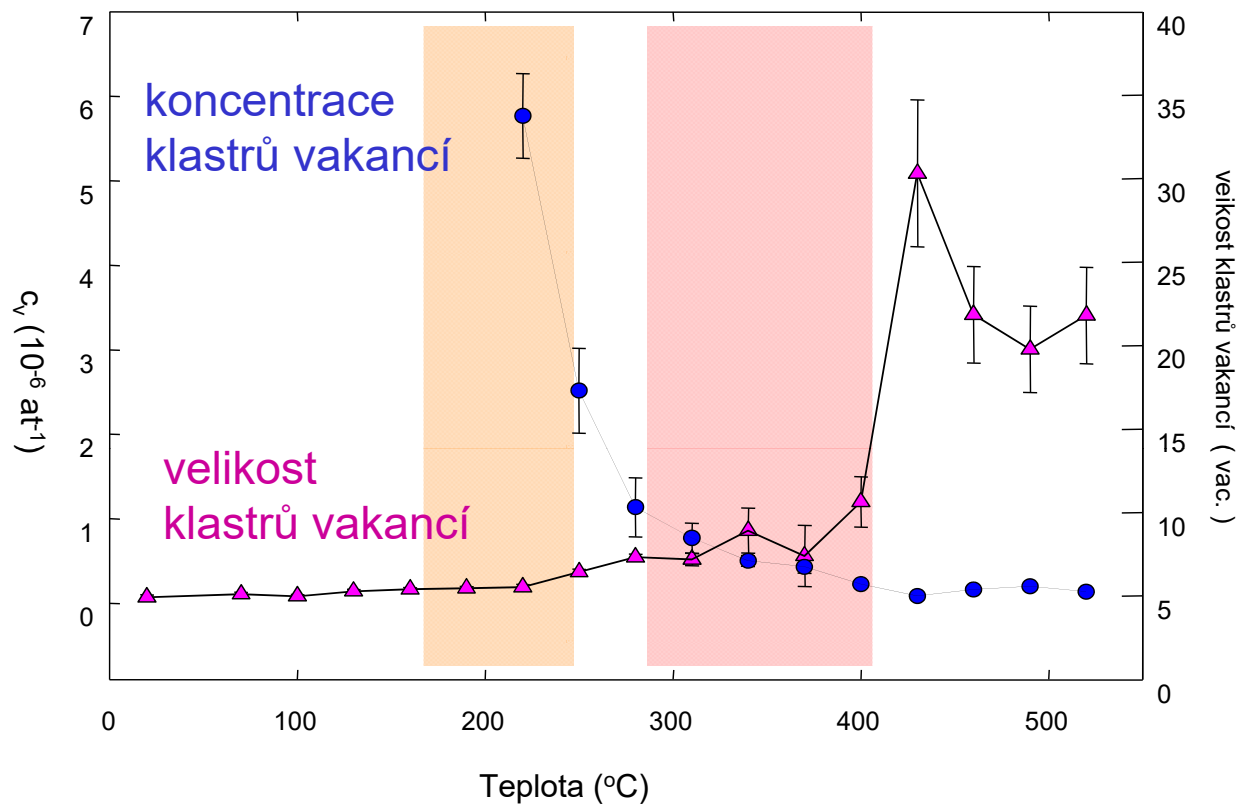
aktivační energie:
 $Q = 96(10)$ kJ / mol

migrace rovnovážných
hranic zrn v Cu:
 $Q = 107$ kJ / mol

HPT deformovaná Cu, p = 3 GPa, N = 6



abnormální růst *recrystalizace*



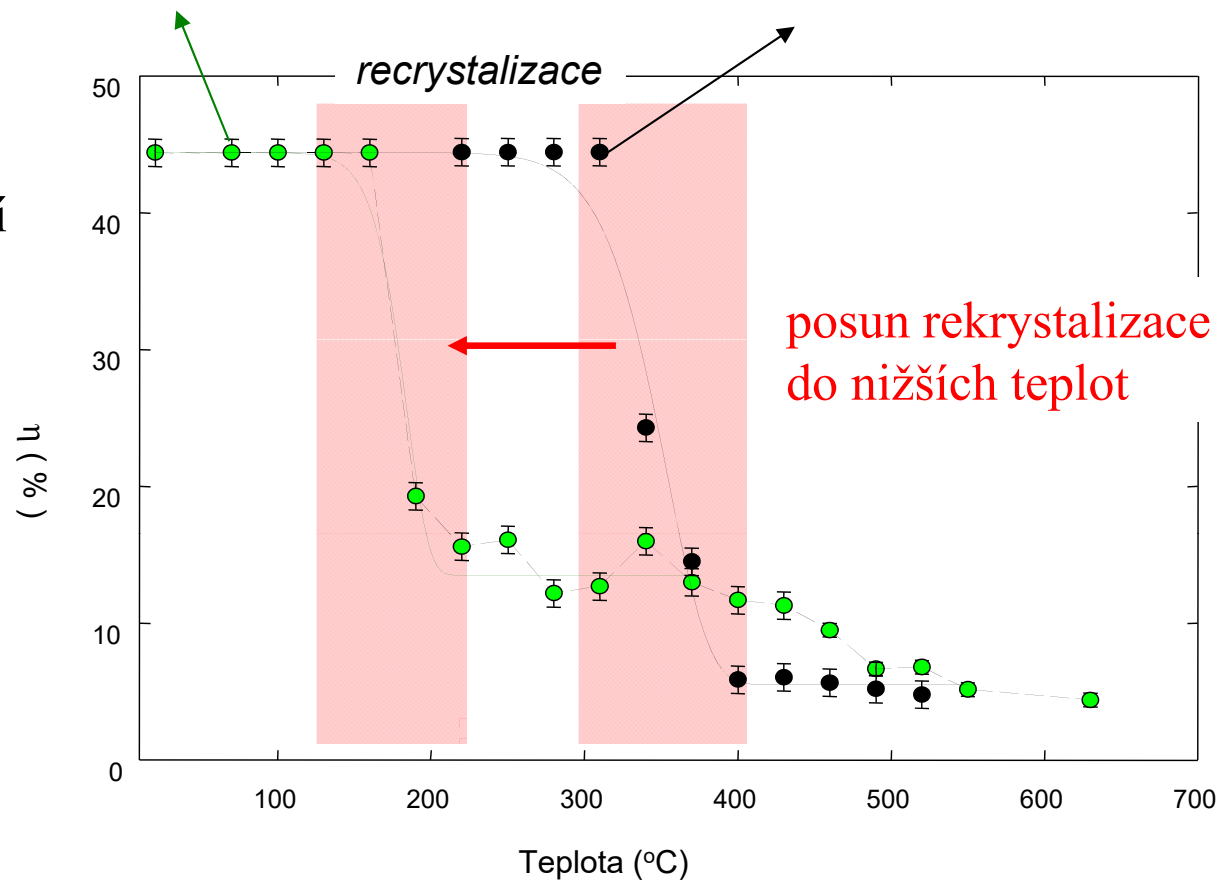
HPT deformovaná Cu – vývoj mikrostruktury s teplotou

$$\eta = (\eta_1 - \eta_2) \exp\left(-K_0 \int \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \times (T/v_a - t_1)^{n-1} dT\right) + \eta_2,$$

HPT deformovaná Cu
p = 6 GPa, N = 6, 2R = 105 nm

HPT deformovaná Cu,
p = 3 GPa, N = 6, 2R = 150 nm

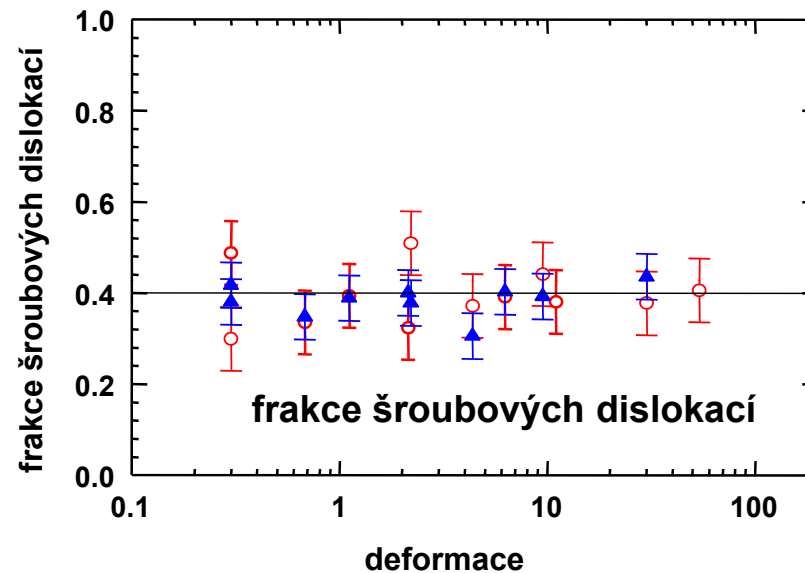
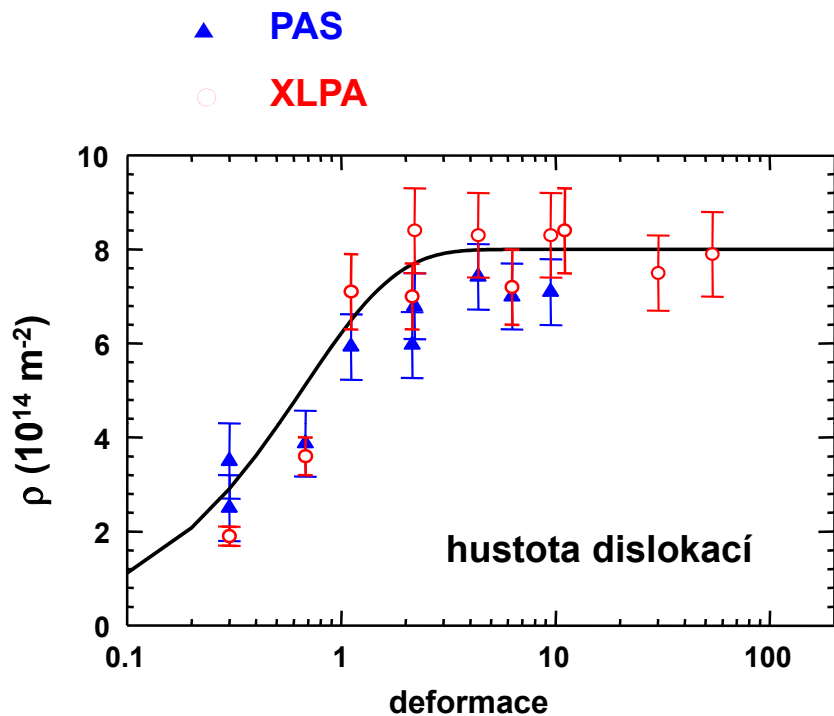
objemová frakce
porušených oblastí
podél hranic zrn



Měření hustoty dislokací

ocel deformovaná HPT

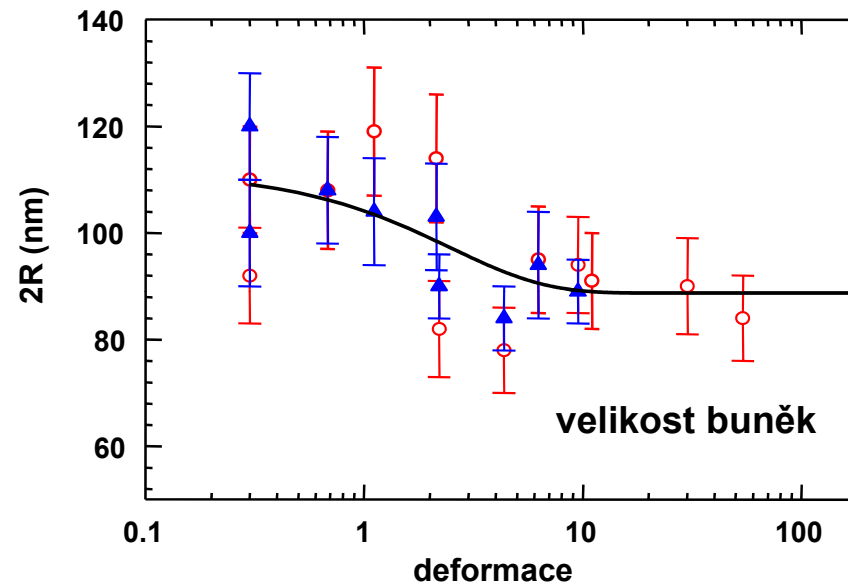
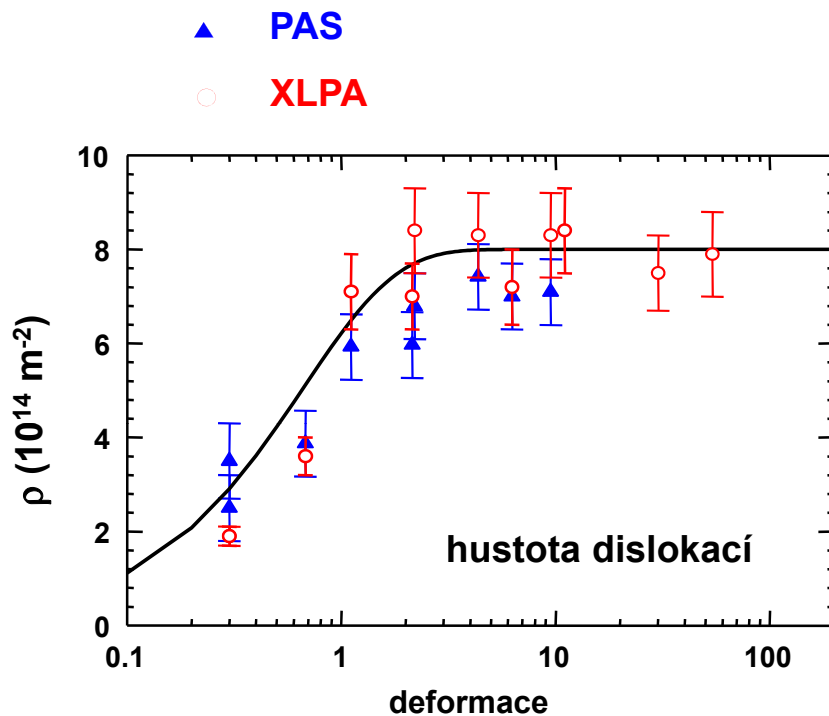
- dobrý souhlas PAS a analýzy rozšíření difrakčních píků rtg. záření (XLPA) (XLPA = X-ray line profile analysis)
- hustota dislokací narůstá s deformací a saturuje se při deformaci $e \geq 3$
- převažuje hranový charakter dislokací



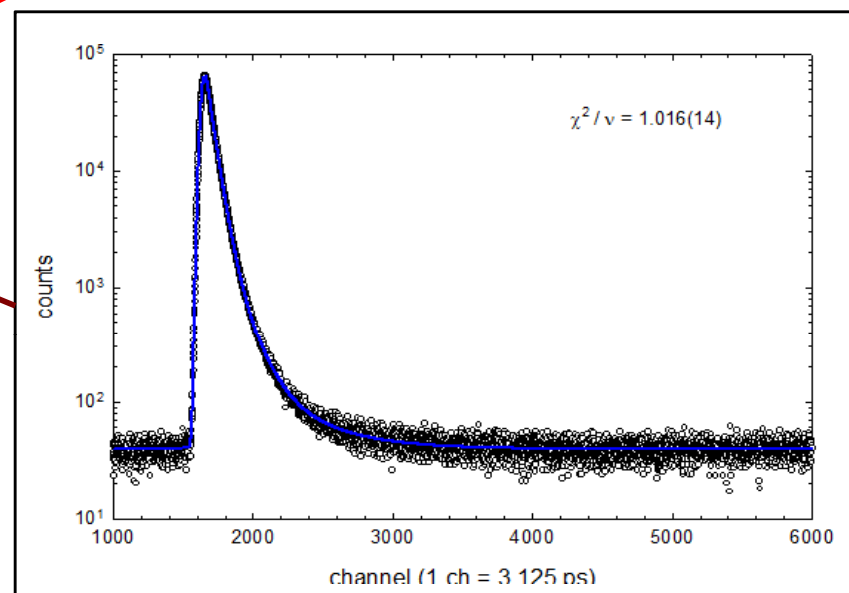
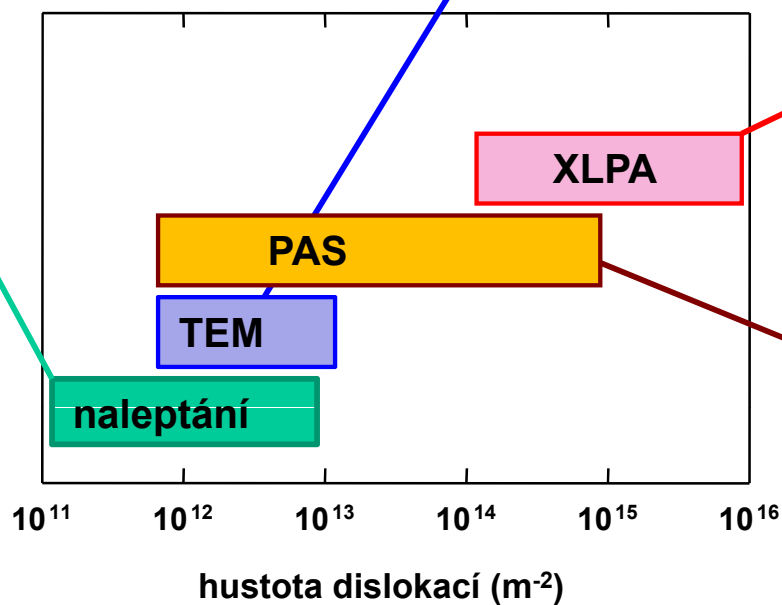
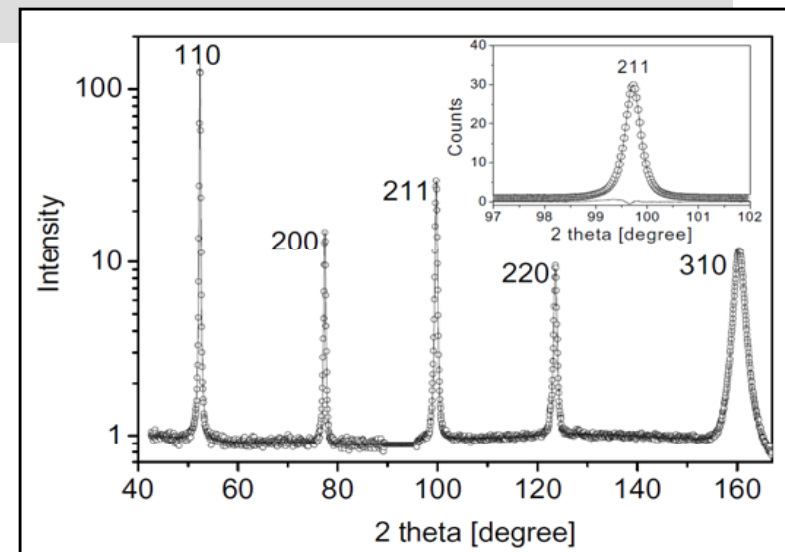
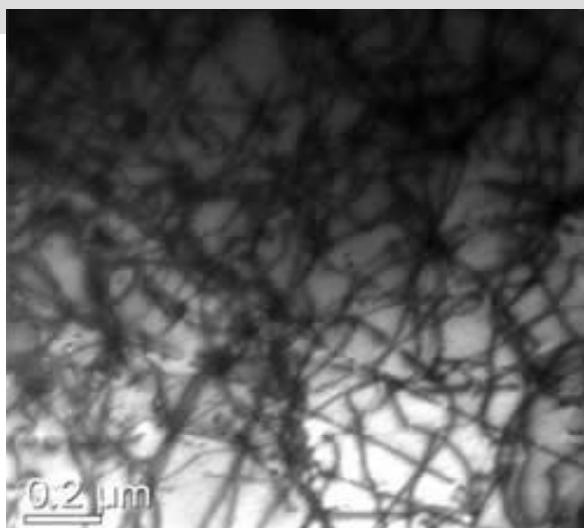
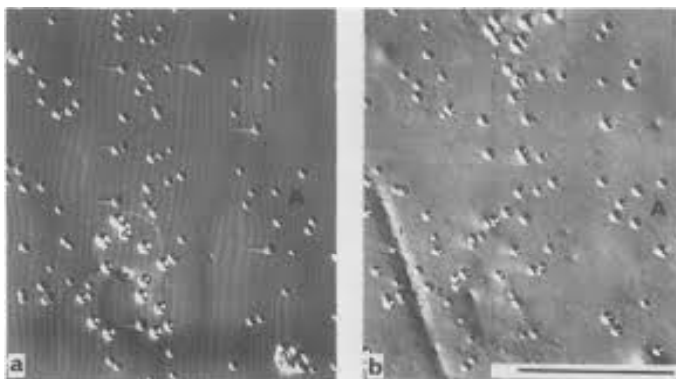
Měření hustoty dislokací

ocel deformovaná HPT

- dobrý souhlas PAS a analýzy rozšíření difrakčních píků rtg. záření (XLPA) (XLPA = X-ray line profile analysis)
- hustota dislokací narůstá s deformací a saturuje se při deformaci $e \geq 3$
- velikost buněk klesá s deformací a saturuje se při deformaci $e \geq 8$ na ≈ 90 nm



Měření hustoty dislokací



hustota dislokací: celková délka dislokačních čar na jednotku objemu: $\rho = \sum l_{disl} / V$