

ДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ НА КОНТАКТНОЕ ПЛАВЛЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ

И. Г. БЕРЗИНА, П. А. САВИНЦЕВ

При температурах опыта, близких к температуре контактного плавления, процесс контактного плавления сводится к взаимному растворению кристаллов, твердые растворы которых плавятся при температурах, более низких, чем температура плавления отдельных компонентов. К такому выводу на кафедре физики Томского политехнического института пришли в результате исследований структуры контактного слоя при повышении температуры. Исследование контактного слоя при низких температурах указывает на отсутствие практически заметной растворимости кристаллов [1]. В табл. 1 приведены температуры плавления отдельных компонент различных систем и температуры их контактного плавления [2].

Таблица 1

Компоненты		Температура плавления, °C		Температура контактного плавления, °C
A	B	t_A	t_B	
Bi	Sn	271	232	139
In	Sn	156	232	119
In	Cd	156	321	126
Cd	Sn	321	232	177
Cd	Bi	321	271	144
Sn	Pb	232	327	188

Обычно сплавы с пониженной температурой плавления получают сплавлением смеси кристаллов при температурах не ниже температуры плавления компонент с последующей кристаллизацией. Метод контактного плавления позволяет получить низкоплавкие сплавы без нагревания компонентов до температуры их плавления. В зависимости от времени выдержки при определенной температуре из контакта может вытекать жидкость известного состава или происходить спаивание кристаллов (при малом времени контакта).

Контактное плавление нашло практическое применение для соединений металлов с металлами, металлов с полупроводниками, ди-

электриков с диэлектриками и т. д. В химии используют метод контактного плавления для обнаружения химических соединений системы.

Одной из важных характеристик кинетики контактного плавления является скорость контактного плавления, определяемая соотношением

$$v = k \frac{h}{\tau},$$

где h — высота плавящегося кристалла,

τ — время его полного расплавления,

k — коэффициент пропорциональности.

Установлено [3], что скорость контактного плавления связана с температурой по закону

$$v = A \exp\left(-\frac{U}{RT}\right),$$

где U названо энергией активации контактного плавления. Эта величина зависит от природы и структуры контактируемых кристаллов;

A — величина, зависящая от геометрических характеристик кристалла.

При воздействии излучения на металлы происходит изменение структуры кристаллов, что должно привести к изменению скорости контактного плавления. С этой целью были поставлены опыты по влиянию излучения на процесс контактного плавления.

Нами были проделаны опыты по контактному плавлению ряда двойных систем, у которых один из компонентов был подвергнут облучению. Опыты были поставлены таким образом, что одновременно в одинаковых условиях протекало контактное плавление облученного и необлученного образцов из Sn, Bi, Cd, Pb, Zn, In.

Контактная пара состояла из верхней таблетки, изготовленной из одного компонента (облучению подвергалась эта таблетка), и нижней таблетки или пластинки, изготовленной из другого компонента. Нижний образец был по размерам значительно больше верхнего для того, чтобы получающаяся в процессе опыта расплавленная жидкость не скатывалась с поверхности нижнего образца.

В процессе опыта определялось время полного расплавления верхнего образца и высчитывалась разница во временах расплавления облученного и необлученного кристаллов (τ , τ_0 и τ_n соответственно) $\tau - \tau_n - \tau_0$.

Верхние таблетки изготовлялись из трубок одинакового диаметра, натянутых из расплавленного металла. Образцы тщательно шлифовались и подбирались равными по высоте и по весу. Изготовленные таким образом образцы затем подвергались облучению рентгеновскими лучами, электронами и нейтронами и γ -лучами от Ra- α -Be-источника.

Для воздействия на кристаллы рентгеновских лучей образцы помещались перпендикулярно потоку рентгеновских лучей на расстоянии ≈ 5 мм от окна трубки с медным анодом (установка УРС-70). При выбранном режиме интенсивность рентгеновских лучей была равна 130 рентген/мин. Время облучения изменялось от 1 минуты до 2,5 часов.

Для воздействия на кристаллы медленных нейтронов и γ -лучей от Ra- α -Be-источника образцы помещались на расстоянии 15 см от источника в парафиновый блок. Активность источника $4 \cdot 10^6$ нейтронов в секунду. Время выдержки изменялось от 10 минут до 300 часов.

Облучение электронами производилось при помощи электронного микроскопа марки ЭМ-3 конструкции академика Лебедева. Микроскоп работал в следующем режиме: ускоряющее напряжение—30 кВ, ток высокого напряжения—50 мА, ток накала пушки—55 мА. Образцы помещались на пластинку в фотокассете. Время облучения изменялось от 1 до 30 минут.

Облученные таблетки, предварительно прогретые до температуры опыта в глицериновой ванне, в ней же приводились в соприкосновение с также отшлифованными образцами второго компонента системы. Нижние образцы при проведении опытов всегда были необлученными.

В глицериновой ванне рядом с контактируемой парой, один образец который был облученным, одновременно производилось плавление такой же пары, но необлученных кристаллов.

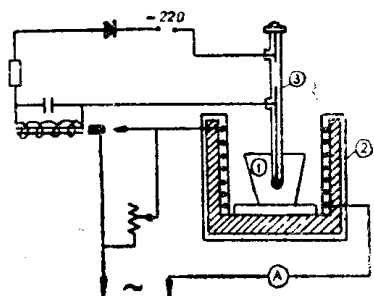


Рис. 1. Схема экспериментальной установки. 1—ванна с глицерином; 2—электрическая печь; 3—контактный термометр.

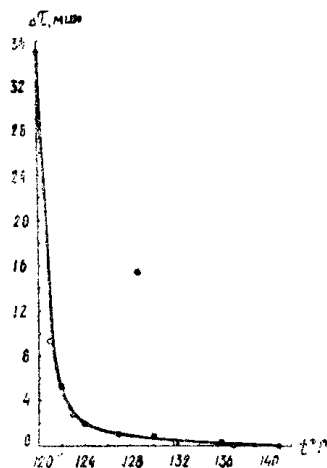


Рис. 2. Зависимость разности времен плавления необлученного и облученного от Ra-α-Be источника индия в жидком расплаве олово-индий от температуры.

Схема установки [4], на которой производились опыты по контактному плавлению облученных и необлученных кристаллов, пред-

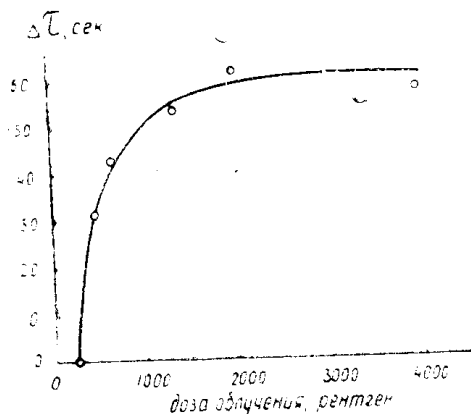


Рис. 3. Зависимость разности времен плавления необлученного и облученного рентгеновскими лучами висмута в жидком расплаве олово-висмут от дозы облучения.

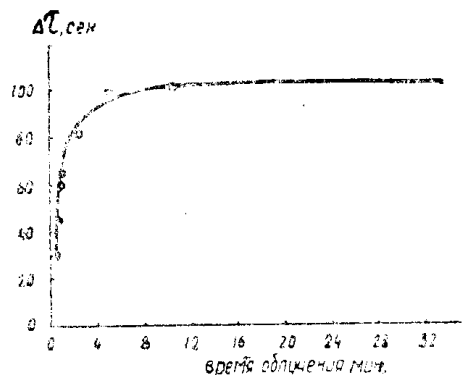


Рис. 4. Зависимость разности времен плавления необлученного и облученного электронами висмута в жидком расплаве олово-висмут от времени облучения электронами.

ставлена на рис. 1. Ванна с глицерином (1) помещена в электрическую печь (2), постоянная температура в которой поддерживается за счет термостатирующего реле с контактными термометром (3).

На рис. 2 представлена зависимость разности времен расплавления необлученного и облученного индия в системе олово-индий от температуры опыта. Время облучения 40 часов. Облучение производилось при помощи Ra- α -Be-источника. При приближении температуры опыта к температуре начала контактного плавления (119°C) разность $\Delta\tau$ резко возрастает. Такой же характер имеют снятые кривые для систем олово-висмут, олово-свинец, олово-кадмий, кадмий-висмут, кадмий-индий, цинк-индий, висмут-индий, висмут-свинец.

На рис. 3 представлена зависимость разности времен расплавления необлученного и облученного рентгеновскими лучами висмута для пары олово-висмут от дозы облучения. Температура опыта 148°C . Температура начала контактного плавления 139°C . При дозе облучения 2000 p наступает насыщение. Подобный характер имеют аналогичные кривые и для других ранее перечисленных систем.

На рис. 4. представлена зависимость $\Delta\tau$ от времени облучения электронами висмута для пары кадмий-висмут. Температура опыта 156°C . Температура начала контактного плавления 144°C . Величина $\Delta\tau$ подходит к постоянному значению при временах облучения равных ~ 5 мин.

Проведенные опыты показали, что изменение вида облучения не меняет характер зависимости разности времен расплавления необлученного и облученного кристаллов от температуры опыта и от дозы

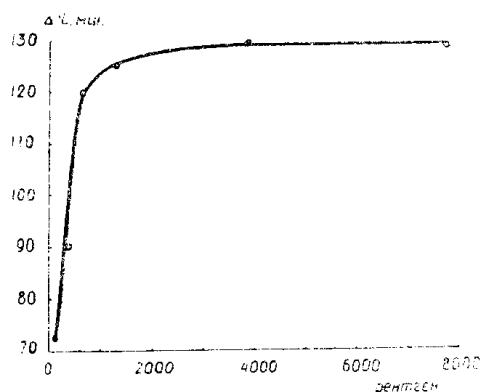


Рис. 5. Зависимость разности времен расплавления необлученного и облученного рентгеновскими лучами висмута в жидком расплаве висмут-кадмий от дозы облучения.

облучения. Увеличение числа радиационных повреждений, зависящих от энергии излучения (рис. 4, 5), вызывает лишь увеличение разности времен расплавления необлученного и облученного кристаллов при данной температуре. На рис. 5 показана зависимость $\Delta\tau$ от дозы облучения рентгеновскими лучами висмута для пары кадмий-висмут. Температура опыта 156°C .

Для понимания природы радиационных повреждений существенным является изучение скорости контактного плавления в связи с отжигом. При облучении нейтронами и жесткими γ -квантами в металлах образуются различные дефекты, в том числе и дефекты Френкеля. Отжиг дефектов, вызываемых облучением металлов, имеет несколько стадий в зависимости от температуры отжига [5]. Отжиг меди при различных температурах показывает, что восстановление продолжается примерно до 900°K [6]. Отжиг меди в интервале температур 240 — 300°K объясняется миграцией вакансий [7]. Однако существует предположение, что отжиг дефектов в интервале температур 240 — 300°K связан только с миграцией промежуточных атомов, а отжиг, связанный с миграцией вакансий, наблюдается только при температурах 100 — 200°K [8].

Изменение Модуля Юнга у олова и висмута [9] при небольших дозах облучения говорит о том, что и при температурах 300°K про-

исходит оседание точечных дефектов на порогах дислокаций, что приводит к застопориванию последних. Закрепление дислокаций приводит к упрочнению материала. С увеличением температуры опыта или отжига дислокации могут освобождаться от закрепленных центров, мешающих их движению. При этих температурах происходит также еще более сильная аннигиляция дефектов Френкеля. Нарушения других типов снимаются при более высоких температурах.

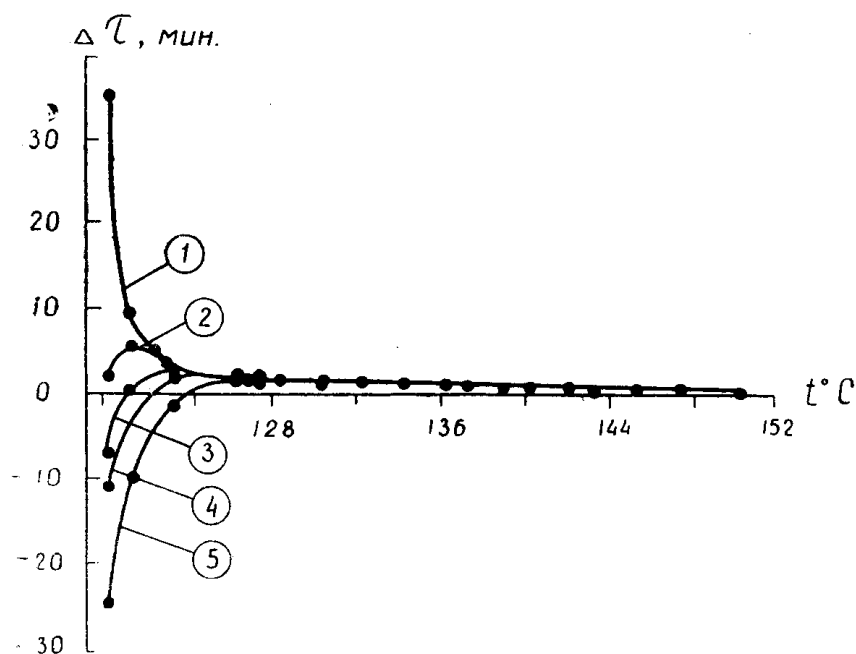


Рис. 6 Зависимость разности времен расплавления необлученного и облученного индия в жидком расплаве олово—индий от отжига при комнатной температуре 26°C и температуры опыта. 1—сразу после облучения; 2—через два часа после облучения; 3—через четыре часа после облучения; 4—через 7,5 часов после облучения; 5—через 10 часов после облучения.

На рис. 6 показана зависимость $\Delta\tau$ от отжига при комнатной температуре и от температуры опыта. Облучению медленными нейтронами и γ -лучами от Ra— α —Be-источника подвергался индий системы олово—индий. Из рисунка видно, что с течением времени происходит

Таблица 2

Система	U необл., $\frac{\text{ккал}}{\text{г. ат}}$	U обл., $\frac{\text{ккал}}{\text{г. ат}}$	ΔU , $\frac{\text{ккал}}{\text{г. ат}}$
Bi—Sn	40	38	2
In—Sn	27	20	7
In—Cd	58	50	8
Sn—Cd	44	40	4
Bi—Cd	36	34	2
Sn—Pb	48	46	2
In—Bi	35	30	5

упрочнение облученных кристаллов, что можно объяснить оседанием вакансий на дислокациях с закреплением последних, а затем, при повышении температуры опыта, разупрочнение с проявлением других типов дефектов, снимающихся, по-видимому, при более высоких температурах. Аналогичные кривые получены и для других систем: олово—кадмий, олово—индий и олово—свинец.

В табл. 2 приведены значения энергии активации контактного плавления облученных и необлученных кристаллов, вычисленных в определенном интервале температур для каждой пары кристаллов сразу же после облучения. Время от конца облучения до температуры опыта не превышало 30 минут, причем кристаллы находились при температуре жидкого азота.

Из вышеизложенного вытекает:

1) облучение кристаллов рентгеновскими лучами, нейтронами и γ -лучами от Ra— α —Be-источника и электронами вызывает увеличение скорости контактного плавления;

2) наибольшее изменение скорости контактного плавления имеет место при температурах, близких к температурам начала контактного плавления;

3) зафиксировано явление насыщения в изменении скорости контактного плавления от дозы излучения;

4) дефекты, вызываемые радиационными нарушениями, имеют неодинаковую структуру и снимаются в различных интервалах температур;

5) энергия активации контактного плавления облученных кристаллов непосредственно после облучения меньше энергии активации необлученных кристаллов.

ЛИТЕРАТУРА

1. П. А. Савинцев, В. Е. Аверичева, В. Я. Зленко. ЦАН СССР **127**, № 4, 28, 1959.
2. П. А. Савинцев, А. В. Вяткина. Известия вузов. Физика, № 4, 120, 1958.
3. П. А. Савинцев, А. В. Вяткина, Известия вузов. Черная металлургия, № 11, 1959.
4. А. В. Вяткина. Известия вузов. Физика, № 2, 1961.
5. Eggleston R. R. Acta Met., **1**, 679, (1953).
6. Mc Reynolds A. W. и др., Phys. Rev., **98**, 418, (1954).
7. Н. В. Huntington, Phys. Rev., **91**, 1092, (1953).
8. Зеегер. Доклад на Женевской конференции, № 998, 1958.
9. И. Г. Берзина, А. А. Ботани, П. А. Савинцев. Известия вузов. Физика. **6**, 39, 1961.