

А. И. ПАШИЛОВ

ЭФФЕКТЫ ДВУХМЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ НА РЕНТГЕНОГРАММАХ
С ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ СТАРЕЮЩЕГО
СПЛАВА Ag — Cu

(Представлено академиком С. И. Вавиловым 1 III 1950)

Рентгенографически исследовались грубозернистые образцы пересыщенного твердого раствора Ag — Cu, изготовленные в виде проволоки диаметром 0,5—1,0 мм, с содержанием меди 6,5 вес. %.

Образцы с различной степенью отпуска снимались на плоскую пленку. Использовалось неотфильтрованное излучение рентгеновской трубки типа БСВ-4 с медным антикатодом. В редких случаях, когда была необходима смена излучения, съемка производилась на разборной трубке типа Зеемана. Образцы, помещенные в уголь, выдерживались при температуре закалки не меньше 6 час. Чтобы исключить возможность выгорания меди, закалка производилась также и в вакууме. При температурах отпуска до 350° образцы выдерживались в печи открытыми.

1. Эффекты первого типа. Сплав Ag—Cu трудно закаливается, поэтому уже на рентгенограммах, снятых с закаленных образцов, появляются эффекты двухмерной дифракции, наблюдавшиеся на других стареющих сплавах, т. е. слабые следы, обусловленные белым излучением, и на этих следах интенсивные пятна от характеристического излучения (1) (см. рис. 1, а). При менее совершенной закалке и низкотемпературном отпуске, например при 250° до 20 мин., эффекты двухмерной дифракции становятся значительно интенсивнее, однако связанное с ними лауэ-пятно остается неразмытым (рис. 1, б и в).

Почти всегда через лауэ-пятно проходит один след от белого излучения, и только в редких случаях проходят два следа (рис. 2, б) (двойной эффект). В случаях двойных эффектов вычислялись углы между цилиндрическими областями рассеяния в обратном пространстве. Эти углы совпадают с значениями 54°44', 45° и 35°16' в пределах ошибки, обусловленной неточностью измерений на пленке. Следовательно, наблюдавшиеся эффекты двухмерной дифракции связаны с плоскостями типа (111), (100) и (110).

Если предположить, что они обусловлены зонами Гинье — Престона, параллельными этим плоскостям, то одиночные эффекты должны наблюдаться как исключение, так как через каждый узел обратной решетки должно проходить 7 цилиндрических областей рассеяния, связанных только с плоскостями типа (111) и (100). Кроме того, сделанное предположение не согласуется с значительным увеличением интенсивности следов при замедленной закалке или последующем отпуске.

2. Эффекты второго типа. После отпуска свыше 20—25 мин. при 250° на рентгенограммах начинают появляться узкие и очень длинные (до 20°) следы от белого излучения, искривленные преимущественно на малых углах рассеяния (рис. 1, г). При появлении длинных

следов связанные с ними лауэ-пятна становятся менее интенсивными, но остаются неразмытыми. При отпуске 1,0—1,5 часа почти все лауэ-пятна исчезают, при этом большая часть лауэ-пятен исчезает бесследно, так что количество лауэ-пятен на рентгенограммах с закаленных образцов значительно больше, нежели количество длинных следов на рентгенограммах с образцов, отпущенных свыше 1,5 часа при 250°.

Главным образом на малых углах рассеяния иногда появляются следы там, где совершенно отсутствует лауэ-пятно на рентгенограмме, снятой с закаленного образца в том же положении.

Одинаковая ориентировка контролировалась совмещением лауэ-пятен на обоих снимках.

В редких случаях наблюдаются два следа, проходящие через одно лауэ-пятно, при этом если на следах имеются пятна от характеристического излучения, то их форма и ориентировка зависят от ориентировки следа по отношению к радиусу пленки (рис. 2, *д*).

В рентгенограммах с образцов, отпущенных при более высоких температурах, наблюдаются такие же эффекты, но лауэ-пятна исчезают значительно раньше, например, при 300° после 10—15-минутного отпуска (рис. 1, *д*, *е*).

Время появления длинных следов и время исчезновения лауэ-пятен примерно совпадают соответственно со временем появления размытых линий новой фазы и исчезновения линий пересыщенного твердого раствора, по данным Н. В. Агеева (2).

Последующее увеличение продолжительности отпуска приводит к ослаблению следов и даже к исчезновению их первоначально на больших углах рассеяния. Иногда вместо длинных следов наблюдаются размытые пятна неопределенной формы, состоящие из отдельных слабых и очень тонких следов.

3. Связь между эффектами первого и второго типа. Характер описанных эффектов второго типа позволяет сделать заключение, что они также являются эффектами двухмерной дифракции. Оба типа эффектов, вероятно, имеют одинаковое происхождение, так как они могут быть одновременно связаны с одним лауэ-пятном, а при последующем отпуске очень слабые и короткие следы могут переходить в длинные и интенсивные (рис. 3, *а*, *б*). Кроме того, как показали вычисления углов между цилиндрическими областями рассеяния в обратном пространстве для тех случаев, когда с одним лауэ-пятном связаны два длинных следа, эффекты второго типа также связаны с плоскостями типа (111), (100) и (110).

4. Вероятное происхождение эффектов двухмерной дифракции. Возможность появления подобных эффектов была предсказана С. Т. Конобеевским в работе (3). Несомненно, что столь интенсивные следы могут быть вызваны только искажениями решетки пересыщенного твердого раствора в объеме значительной части кристаллита или во всем кристаллите. Чтобы наблюдались эффекты двухмерной дифракции, должно быть нарушено условие периодичности в одном направлении. Такое нарушение периодичности, вероятно, вызвано некогерентными сдвигами вдоль плоскостей скольжения вследствие появления больших скальвающих напряжений в решетке пересыщенного твердого раствора при выделении новой фазы. Некогерентность сдвигов представляется возможным объяснить неоднородностью распада, начинающегося от границы кристаллита.

Толщина пачек скольжения и размеры деформированных областей должны зависеть от количества выделившейся фазы, поэтому первоначально короткие и слабые следы удлиняются и становятся интенсивными при последующем отпуске, а затем снова исчезают, что соответствует разрушению кристаллита.

Можно полагать, что появление эффектов двухмерной дифракции, обусловленное пластической деформацией, возможно и на других сплавах с большими объемными изменениями при выделении. Например, эффекты, подобные описанным здесь эффектам первого типа, наблюдались на исследовавшихся в нашей лаборатории поликристаллических образцах сплава $\text{Cu} - \text{Vc}$ (1). Автором было вычислено значительное количество углов между цилиндрическими областями рассеяния в обратном пространстве, и все они хорошо укладываются около значений $54^{\circ}44'$, $70^{\circ}32'$ и $109^{\circ}28'$, т. е. и в этом сплаве эффекты двухмерной дифракции связаны с плоскостями типа (111) и (100). Это не согласуется с результатами работы (5), проведенной на монокристалле с монохроматическим излучением (рентгенограммы вращения), в которой эффекты двухмерной дифракции были связаны с кубическими плоскостями. Однако можно полагать, что эффекты, наблюдавшиеся в работах (1, 5), обусловлены разными причинами. В работе (1) начало появления эффектов двухмерной дифракции на поликристаллических образцах (белое излучение) соответствует отпуску 1 час при 180° , в работе (5) от монокристаллов они появляются только после отпуска 8 час. при 190° . Из соображений интенсивности должно было бы быть обратное положение, по крайней мере, для начала появления этих эффектов. Вполне возможно, что на монокристалле действительно наблюдались преимущественно эффекты, обусловленные зонами Гинье — Престона, параллельными кубическим плоскостям, и мало вероятно, чтобы они могли быть заметной интенсивности от поликристаллических образцов.

Результат вычисления подобных углов для монокристалла сплава $\text{Al} - \text{Cu}$ подтвердил данные других авторов (4), т. е. эти углы оказались совпадающими с 90° в пределах ошибки, обусловленной неточностью измерений на пленке.

Всесоюзный научно-исследовательский
институт метрологии
Свердловский филиал

Поступило
9 II 1950

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ А. М. Елистратов, С. Д. Финкельштейн и А. И. Пашилов, ДАН, 68, № 6 (1949). ² Н. В. Агеев и др., Zs. f. Phys., 66, 350 (1931). ³ С. Т. Конобеевский, ЖЭТФ, 13, 418 (1943); 13, 200 (1943). ⁴ G. D. Preston, Proc. Roy. Soc., A, 167, 526 (1938). ⁵ A. Guinier et P. Jacquet, Rev. de Métallurgie, 41, № 1, 1 (1944).

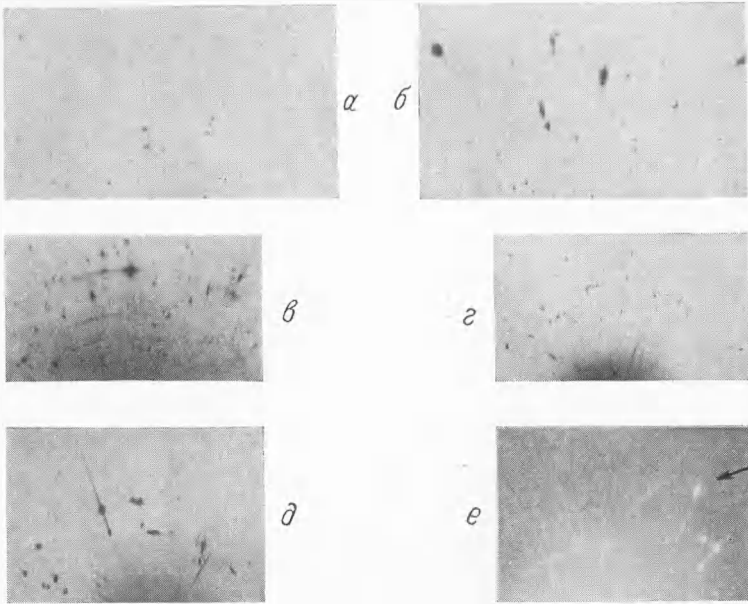


Рис. 1. Общий вид рентгенограмм с образцов с различной степенью старения: *a* — закалка; *b* — несовершенная закалка; *в* — отпуск 4 мин., 250°; *г* — отпуск 50 мин., 250°; *д* — отпуск 10 мин., 300°; *е* — отпуск 10 мин., 300°, на снимке виден длинный след, связанный с резким лауэ-пятном

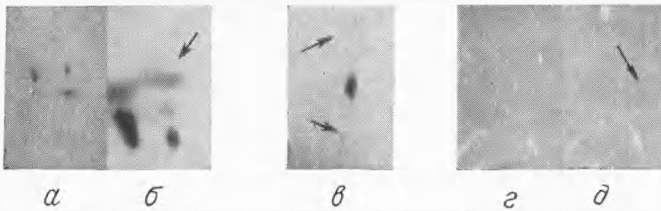


Рис. 2. *a* — одиночный эффект первого типа (несовершенная закалка); *b* — двойной эффект второго типа (несовершенная закалка); *в* — эффекты первого и второго типов связаны с одним лауэ-пятном; *г* — несовершенная закалка; *д* — тот же образец, что и в *г*, снят в неизменном положении после отпуска 6 мин., 300°

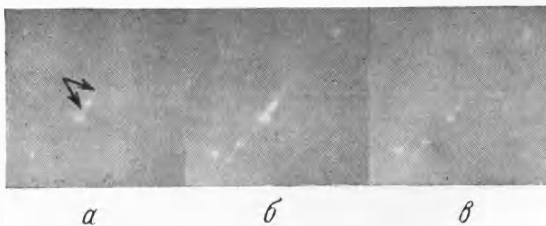


Рис. 3. Переход эффекта первого типа в эффект второго типа: *a* — отпуск 3 мин., 300°; *б* — дополнительный отпуск 10 мин., 300°; *в* — дополнительный отпуск 15 мин., 300° (отпуск образца производился вместе с держателем, обладающим значительной тепловой инерцией)