

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

А. М. ЕЛИСТРАТОВ

РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТАРЕНИЯ СПЛАВА Al — Zn

(Представлено академиком И. П. Бардиным 3 XII 1952)

В отличие от исследовавшейся нами ранее (1) бериллиевой бронзы, эффект твердения при старении Al — Zn незначителен, хотя объемные изменения также очень велики (~8%). Представляло интерес установить характер структурных изменений на начальных стадиях старения Al — Zn и сравнить его со сплавом Cu — Be, так как опубликованные недавно исследования старения сплава Al — Zn методом аномального рассеяния монокристаллом дали неполные и противоречивые результаты (2, 3).

Исследовался достаточно чистый сплав Al — Zn с 25 вес. % Zn. Образцы — проволоочки диаметром от 0,1 до 0,5 мм. Закалка производилась в ледяную воду после выдержки 2 часа при 440°. Размеры зерна в образце от 0,1 до 0,02 мм.

Методика рентгеновского исследования (аномальное рассеяние грубозернистыми образцами) и построения областей аномального рассеяния описаны в (4, 5)*.

Непосредственно после закалки на рентгенограммах обнаруживаются только размытые довольно интенсивные экстра-пятна в окрестности лауэ-пятен твердого раствора (γ -фазы), по виду похожие на тепловые диффузные максимумы, за которые они, повидимому, принимались другими исследователями (3). Однако наличие в них тонкой структуры, большая интенсивность, а главное, резкое изменение их в процессе старения вплоть до исчезновения указывают на их «структурное» происхождение. Тепловые максимумы, обнаруженные нами на более поздних стадиях старения (на начальных стадиях они маскируются описываемыми экстра-пятнами), значительно менее интенсивны и могут быть обнаружены только при достаточной величине ($> 0,1$ мм) кристаллика. С повышением температуры 2-часового отпуска до 120° интенсивность и резкость этих экстра-пятен значительно возрастает, а протяженность уменьшается, и тонкая структура становится более резко выраженной (см. рис. 1).

Наиболее интересной особенностью тонкой структуры являются светлые полосы (прямые или изогнутые), пересекающие (см. рис. 1) экстра-пятна. Так как их интенсивность не отличается от интенсивности окружающего общего фона рентгенограммы, назовем их «полосами нулевой интенсивности».

Насколько нам известно, эффекты такого типа еще не наблюдались при рассеянии рентгеновских лучей. Форма области аномального рассеяния (о. а. р.) в пространстве Фурье, построенной по описываемым экстра-пятнам, почти сферическая с центром в узле обратной решетки (твердого раствора γ -фазы) и одинакова у узлов (200) γ и (111) γ . По-

* Экспериментальная работа проводилась совместно с Б. Я. Котлярской.

лосам нулевой интенсивности соответствуют в о. а. р. поверхности нулевой интенсивности, из которых первая окружает очень интенсивную, почти сферическую, центральную часть о. а. р. диаметром в $0,02 \ 1/d_{(100)\gamma}$, где $d_{(100)\gamma} = 4,036 \text{ \AA}$. Форма следующих поверхностей нулевой интенсивности (всего 3) несколько отличается от сферической, а интенсивность рассеянного излучения резко убывает по мере удаления от узла обратной решетки. Общая протяженность о. а. р. порядка $0,12 \ 1/d_{(100)\gamma}$. Такие же экстра-следы появляются после отпуска 5 мин. при 200° . Никаких других эффектов аномального рассеяния на этой стадии старения не обнаружено.

Начиная с отпусков 1—2 часа при 130° , общий характер экстропятен начинает меняться, переходя через ряд промежуточных форм (см. рис. 2 а и б) к типичным эффектам «двумерной» и линейной дифракции. Этот переход совершенно непрерывен и был прослежен на окрестностях одних и тех же лауэ-пятен (образец подвергался последовательным термообработкам вместе с держателем). Процесс старения протекает не вполне одновременно во всех кристалликах образца, и поэтому на одной рентгенограмме можно наблюдать различные промежуточные формы экстра-следов (рис. 2 а более ранняя форма, чем рис. 2 б).

Вторая стадия. При дальнейшем старении (1 час, 200°) экстра-следы становятся очень интенсивными и резкими (см. рис. 3 а), появляются довольно интенсивные экстра-полосы, обусловленные рассеянием непрерывной части спектра применяемого излучения («белые» экстра-полосы), образующие типичные «крестики» у некоторых лауэ-пятен (рис. 3 б и 4 б). Полосы нулевой интенсивности наблюдаются и на второй стадии, но становятся более резкими (рис. 3 а и б). Иногда они имеют вид светлого кольца, окружающего довольно интенсивное экстра-пятно (рис. 4 б). Линейные экстра-полосы также довольно интенсивны (рис. 3 б).

О. а. р. на этой стадии значительно сложнее, чем на первой, они имеют 4 резко выраженных выроста интенсивности ⁽¹⁾ вдоль 4 возможных направлений $[111]_\gamma$.

Как в случае ⁽¹⁾, имеются плоские расширения о. а. р., перпендикулярные $[111]_\gamma$. Очень интенсивная центральная часть, окруженная сферической поверхностью нулевой интенсивности, по форме и величине почти не отличается от центральной части о. а. р. на первой стадии.

Вторая поверхность нулевой интенсивности пересекает выросты о. а. р. (рис. 3 а и б), после чего интенсивность выростов резко падает (рис. 3 а). Длина выростов интенсивности почти не меняется в процессе старения и равна $0,06 \ 1/d_{(100)\gamma}$, т. е. половине диаметра о. а. р. на первой стадии.

Диаметр выроста уменьшается от $0,04 \ 1/d_{(100)\gamma}$ после отпуска 2 часа при 135° до $0,01 \ 1/d_{(100)\gamma}$ после отпуска 1 час при 200° . О. а. р. вокруг узлов $(002)_\gamma$ и $(111)_\gamma$, по видимому, одинаковы и centrosимметричны относительно узлов. В конце второй стадии сразу появляются очень интенсивные и резкие экстра-следы, положения максимумов которых соответствуют узлам обратной решетки выделяющейся α -фазы (почти чистого Zn) (Zn_α и Zn_β на рис. 3 а). Соответствующие им о. а. р. слишком мало протяжены, чтобы их можно было построить.

Что о. а. р. вокруг узлов обратной решетки γ -фазы представляют собой эффекты формы от областей нарушения структуры γ , т. е. о. а. р. первого типа ⁽⁶⁾, хорошо согласуется со всеми полученными результатами.

Надежность этого вывода прекрасно подтверждается и полным соответствием формы и величины построенных нами о. а. р. на первой стадии старения картине центрального рассеяния, наблюдавшейся Гинье ⁽²⁾, если принять во внимание, что внутреннего максимума он не мог обнаружить из-за применявшегося им для ослабления центрального

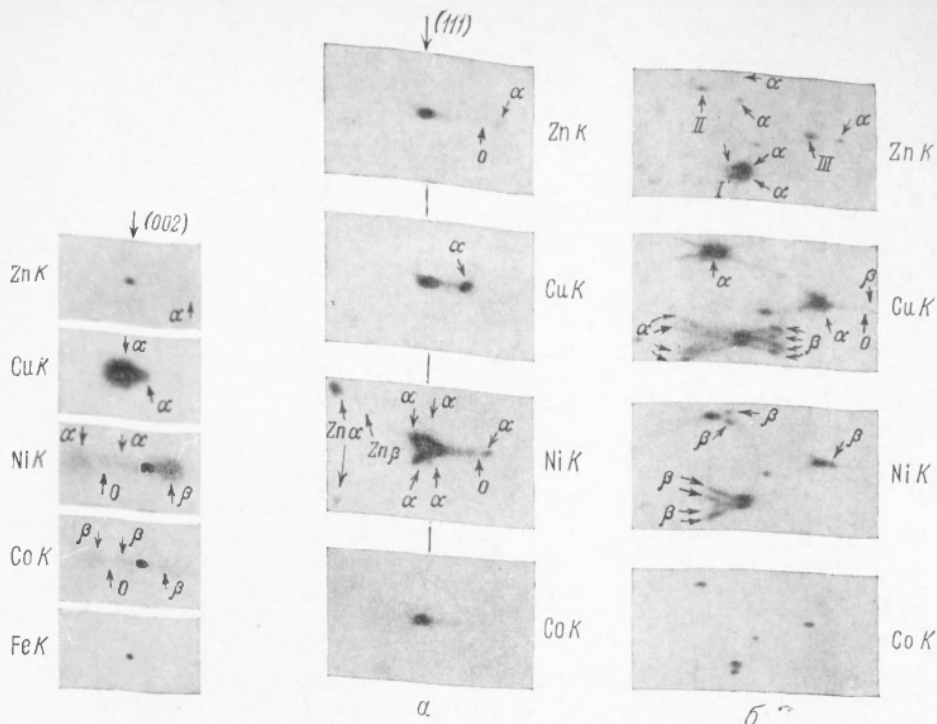


Рис. 1. Окрестности лауэ-пятна (002) $_{\gamma}$ из серии рентгенограмм. Отпуск 2 часа при 100°. 0 — полосы нулевой интенсивности

Рис. 2. Переходные формы эффектов аномального рассеяния первого типа. а — окрестности (111) $_{\gamma}$ из серии рентгенограмм, отпуск 2 часа, 135°; б — окрестности (002) $_{\gamma}$ из серии рентгенограмм, отпуск 2 часа, 135°

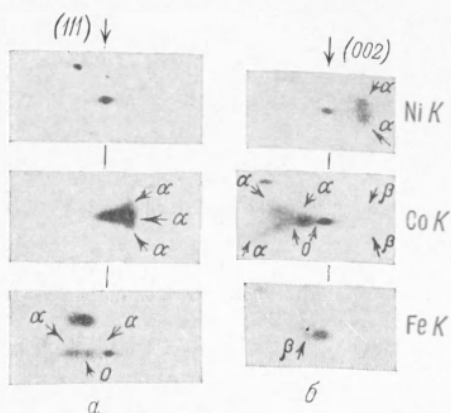


Рис. 3. Эффекты аномального рассеяния на второй стадии. а — окрестности лауэ-пятна (111) $_{\gamma}$ из серии рентгенограмм, отпуск 1 час, 200°; б — окрестности группы лауэ-пятен из серии рентгенограмм, отпуск 1 час, 200°; в — окрестности группы лауэ-пятен из серии рентгенограмм, отпуск 1 час, 200°; I и II — (002) $_{\gamma}$, III — (111) $_{\gamma}$

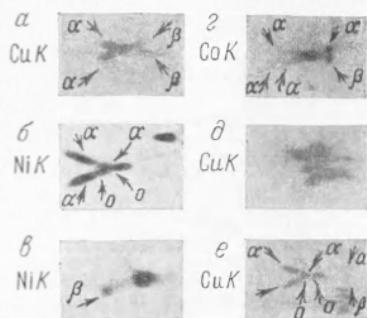


Рис. 4. Типичные формы экстраследов на второй стадии. а — окрестности (002) $_{\gamma}$, 200°, 1 час; б — окрестности (002) $_{\gamma}$, 200°, 1 час; в — окрестности (111) $_{\gamma}$, 200°, 1 час; г — окрестности (002) $_{\gamma}$, 150°, 4 часа; д — группа лауэ-пятен, 200°, 1 час; е — окрестности (002) $_{\gamma}$, 200°, 1 час. Большой мозаичный кристалл

пучка экранчика. Гинье также наблюдал изменение формы центрального рассеяния (появление выростов интенсивности вдоль $[111]_{\gamma}$), но при несколько более низкой температуре отпуска (100°), что и нужно было ожидать, так как его сплав содержал 34% Zn. Однако его интерпретация картины центрального рассеяния (наличие наиболее вероятных расстояний между «зародышами») не может быть согласована с наличием поверхностей нулевой интенсивности и центральной интенсивной части о. а. р. Нетрудно показать, что если рассеивающий кристаллик (или «дырка») имеют центр симметрии, трансформация формы будет иметь поверхности нулевой интенсивности, совершенно аналогичные линиям нулевой интенсивности в случае френгоферовой диффракции света от centrosимметричного отверстия. Следовательно, наличие поверхностей нулевой интенсивности в о. а. р. указывает на наличие центра симметрии в области нарушения в кристалле.

О. а. р. первого типа на второй стадии можно считать сложной, образованной суперпозицией ⁽¹⁾ 4 единичных о. а. р., соответствующих 4 направлениям выростов. Каждой единичной о. а. р. в кристалле соответствует тогда пластинчатая область нарушения, параллельная одной из плоскостей типа $(111)_{\gamma}$ и имеющая центр симметрии. Наличие сферической поверхности нулевой интенсивности кажется совершенно аналогичным окружности нулевой интенсивности на фотографии картины френгоферовой диффракции от centrosимметричного шестиугольного отверстия, приведенной, например, у Джэмса ⁽⁶⁾.

Размеры областей нарушения в кристалле легко вычисляются из приведенных выше размеров о. а. р. На первой стадии старения область нарушения имеет почти сферическую (вероятнее, многогранник с большим числом граней) форму, диаметром после отпуска при 100° до 55 Å. На второй стадии область нарушения разрастается в пластиночку, по видимому, многоугольной, centrosимметричной формы с неизменной в процессе старения толщиной (50—60 Å). Поперечные размеры области нарушения возрастают от 100 Å после отпуска 2 часа при 135° до 400 Å после отпуска 1 час при 200° .

Размеры области нарушения получились во много раз больше, чем у Гейслера и др. ⁽³⁾, которые из ширины «белых» экстр-полос на лауэ-граммах, снятых с большого монокристалла, оценили их всего в 10 Å. Нетрудно понять источник их ошибки. При съемке на просвет большого монокристалла рассеяние получается от очень большого количества мозаичных (и макромозаичных) блочков, разориентировка которых приводит к смещениям «белых» экстр-полос. Ширина экстр-полосы будет в основном определяться уже не размерами области нарушения, а диапазоном разориентировок блочков в кристалле.

Для измерения ширины экстр-полос всегда необходимо выбирать неискаженные лауэ-пятна от маленьких кристалликов, где при съемке на отражение («омываемая» проволочка) рассеяние происходит в очень малом количестве поверхностных блочков. Это хорошо иллюстрируется сравнением ширины белых экстр-полос у лауэ-пятен II и III (рис. 3 б), I (рис. 3 б — 2 блока) и лауэ-пятна $(111)_{\gamma}$ на рис. 4 в от сравнительно большого (0,2 мм) мозаичного кристалла на одной и той же стадии старения.

Изложенные выше экспериментальные данные делают вероятным следующий структурный механизм начальных стадий старения сплава Al—Zn.

Чтобы перейти от решетки Al (γ -фаза) к решетке выделяющейся α -фазы (Zn), нужно сжать исходную решетку в направлениях, параллельных $(111)_{\gamma}$, на 7% и растянуть в перпендикулярном направлении на 5%. Поэтому образование даже очень маленького «зародыша» Zn параллельно одной из плоскостей $(111)_{\gamma}$ создает благоприятные условия для возникновения рядом «зародыша» Zn параллельно другой пло-

скости $(111)_\gamma$ и т. д. Сжатие, вызванное первым зародышем, будет частично скомпенсировано растяжением в том же направлении, вызванным вторым зародышем, и т. д. Чем меньше будут «зародыши», тем совершеннее будет компенсация и тем меньше локальные напряжения в матрице, вызванные образованием «зародыша». Поэтому энергетически выгоднее образование очень малых антифазных областей Zn, если они еще не потеряли когерентности с матрицей. Очень малая величина антифазных блоков Zn (несколько ячеек) и их компактная упаковка в областях нарушения приводят к очень малой интенсивности о. а. р. второго типа и хорошо объясняют необнаружение о. а. р. второго типа на первой и в начале второй стадии старения. Рост такого «роя» антифазных блоков сначала происходит во все стороны (почти сферическая форма области нарушения на этой стадии).

Этой компенсацией местных объемных изменений, вероятно, можно объяснить и незначительный эффект твердения в Al—Zn. Когда область нарушения достигает достаточно больших размеров, напряжения в прилегающих слоях матрицы станут достаточными, чтобы вызвать сдвиг, а может быть, и частичное нарушение когерентности вдоль одной из плоскостей скольжения $(111)_\gamma$. Этим и объясняется, возможно, что по достижении областью нарушения 55 \AA рост ее во все стороны прекращается и начинается (вторая стадия старения) нарастание области нарушения в плоскости, параллельной плоскости сдвига $(111)_\gamma$. Дальнейший рост пластинки, состоящей из очень малых антифазных блоков Zn, приводит к полному нарушению когерентности ее с матрицей, что, в свою очередь, приводит к быстрому упорядочению выделившейся частицы Zn (сразу появляются интенсивные и резкие экстра-пятна Zn). В Cu—Be ⁽¹⁾ такая местная компенсация объемных изменений на начальных стадиях не происходит (о. а. р. второго типа наблюдаются). Эффект твердения высокий.

Челябинский институт механизации и
электрификации сельского хозяйства

Поступило
31 X 1952

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ А. М. Елистратов, С. Д. Финкельштейн, Т. Ю. Гольдштейн, ДАН, 88, № 4 (1953). ² A. Guinier, *Métaux et Corrosion*, 18, 209 (1943). ³ A. H. Geisler, C. S. Barrett, R. F. Mehl, T. A. I. M. M. E. (*Inst. of Met. Div.*), 152, 201 (1943). ⁴ А. М. Елистратов, ДАН, 69, № 3, 337 (1949). ⁵ А. М. Елистратов, Изв. АН СССР, сер. физ., 15, № 1, 60 (1951). ⁶ Р. Джэмс, *Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей*, М., 1950, стр. 512, рис. 208 б.