

Е. В. КОЛОНЦОВА

ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ ПРИ ПОМОЩИ УЗКОГО ПУЧКА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

(Представлено академиком И. П. Бардиным 12 X 1953)

Рентгеносъемка кристаллов при помощи обычно употребляемого широкого пучка рентгеновских лучей не всегда позволяет выявить детали структуры, если кристалл неоднороден по своему строению. Пластически деформированный монокристалл является примером такой неоднородной структуры. Повидимому, этим можно объяснить тот факт, что хотя многие исследователи, начиная с 20-х годов, занимались вопросами строения пластически деформированных кристаллов, механизм пластической деформации неясен до настоящего времени.

Можно думать, что масштаб неоднородности строения деформированного кристалла определяется расстояниями между линиями скольжения. Они могут быть определены оптическими и электронно-микроскопическими методами. Определяемое таким образом расстояние между линиями скольжения у различных деформированных растяжением монокристаллов — величина порядка 1—50 μ (¹), а размеры областей, где оптическими методами регистрируются напряжения, 10—100 μ .

Следовательно, для уточнения представления о структуре пластически деформированного кристалла необходимо уменьшение сечения диафрагм, обычно употребляемых для рентгеносъемки кристаллов, примерно в 100 раз. При этом возникают две трудности: чисто техническая при изготовлении диафрагмы и существенное увеличение времени съемки.

Как показал опыт, можно получить относительно хорошие результаты, если использовать щелевую стеклянную диафрагму. В данной работе использовалась диафрагма с шириной щели 10—15 μ , приготовленная из двух плоско-параллельных пластинок, разделенных по краям тонкой металлической фольгой. Изготовление такой диафрагмы несложно. Экспозиция при уменьшении ширины диафрагмы от 0,8 мм до 15 μ возрастает примерно в 20—40 раз в зависимости от образца.

При помощи рентгеновской камеры, снабженной щелевой диафрагмой и приспособлением, позволяющим плавно менять место съемки, можно наблюдать диффракционную картину от любого участка кристалла, неоднородного в одном измерении, шириной примерно в 20 μ . Если снабдить камеру соответствующей оптикой, то можно одновременно визуально наблюдать участок кристалла, подвергающийся рентгеносъемке.

Щелевая диафрагма особенно удобна для изучения структуры монокристаллов, пластически деформированных растяжением. Как известно, грубая модель такого кристалла изображается стопкой сдвинутых относительно друг друга параллельных слоев кристаллов *. Таким образом,

* В качестве иллюстрации см., например, рис. 35 из монографии (²).

если ориентировать кристалл так, чтобы видимые на поверхности образца полосы были параллельны щели, то можно наблюдать рентгеновским методом изменение структуры в областях, непосредственно примыкающих к плоскостям скольжения, так как принято считать, что полосы соответствуют выходу на поверхность плоскостей скольжения.

Наибольший интерес представляет при этом такая ориентировка кристаллов, когда пучок рентгеновских лучей направлен параллельно действующей в кристалле плоскости скольжения. К сожалению, осуществить такую съемку по схеме «на прохождение» можно только для очень прозрачных для рентгеновских лучей веществ*. Для большинства же веществ в этом случае удается наблюдать диффракционную картину только «на отражение», что весьма неэффективно при использовании щелевой стеклянной диафрагмы, поскольку широкая центральная область около первичного пучка рентгеновских лучей экранируется держателем диафрагмы и защитным кожухом.

Можно осуществить по схеме «на прохождение» съемку в случае, если пучок рентгеновских лучей направить под достаточно большим углом к плоскости скольжения, так как при больших степенях деформации кристалл в этом направлении становится достаточно тонким.

В настоящей работе таким способом была проведена съемка пластически деформированных растяжением монокристаллов олова, кадмия, цинка, алюминия, никеля, хлористого серебра и кристаллов некоторых других веществ. При этом монокристалл ориентировался так, что видимые на поверхности линии скольжения располагались параллельно щели, а действующая плоскость скольжения была перпендикулярна к направлению пучка рентгеновских лучей или составляла с ним угол, близкий к 90° .

Образец в виде проволоки диаметром 0,5—0,8 мм после деформации растяжением (примерно на величину порядка 100% по удлинению) принимал лентообразную форму. Грубая юстировка кристалла заключалась в установке его таким образом, чтобы плоскость ленты располагалась перпендикулярно направлению пучка рентгеновских лучей, а направление оси проволоки было перпендикулярно щели. Уточнение ориентировки проводилось по рентгенограммам, причем направление скольжения совмещалось с направлением, перпендикулярным щели. Облучаемый при съемке участок кристалла можно было плавно менять без изменения ориентировки кристалла (конструкция камеры позволяла перемещать образец вдоль направления, перпендикулярного щели).

При сравнении снимков, полученных при помощи щелевой и обычных диафрагм, можно видеть для всех исследованных кристаллов одно и то же явление, более или менее четко выраженное: раздробление «хвостов» астеризма на щелевых снимках. Особенно четкая картина наблюдается на рентгенограммах, полученных на смешанном излучении молибдена с деформированного растяжением монокристалла олова. Рентгенограммы приведены на рис. 1 и 2.

Съемка различных участков кристалла на протяжении 3 мм в обычной камере дает одну и ту же картину, которая приведена на рис. 1. На основании этого можно сделать вывод о том, что деформация протекает макроскопически однородно.

Принципиально другая картина получается при использовании узкой щели. В этом случае обнаруживается явно неоднородная структура деформированного кристалла. Наряду с рентгенограммой, приведенной на рис. 2 *а*, можно получить рентгенограммы с того же самого образца, приведенные на рис. 2 *б* и *в*. Серия снимков, полученных на этом участке образца (протяженностью 0,3—0,4 мм), последовательно через 20 μ пока-

* Использовать для исследования очень тонкие монокристаллы затруднительно, поскольку для них практически невозможно осуществить деформацию чистого растяжения.

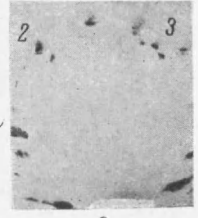
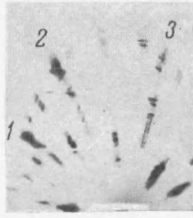
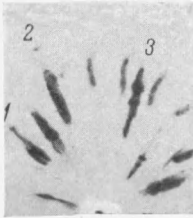


Рис. 1

Рис. 2

Рис. 1. Зональный эллипс [111] на рентгенограмме, полученной с неподвижного монокристалла олова, деформированного растяжением; смешанное излучение от Мо-анода; круглая диафрагма диаметром 0,8 мм

Рис. 2. То же, что на рис. 1, при съемке со щелевой диафрагмой шириной 15 μ различных участков кристалла: *a* — вблизи полосы скольжения, *б* — по середине между двумя полосами скольжения



a

б

Рис. 1

Рис. 4

Рис. 1. Излом стали 40ХС, предварительно закаленной от 1300° в масле; $\times 4,5$. *a* — медленный нагрев (3°/мин) до 920° и закалка в воде; *б* — быстрый нагрев (200°/мин) до 920° с выдержкой 15 мин. и закалка в воде

Рис. 4. Излом образца стали 40ХС, предварительно закаленной от 1300° в масле после электронного нагрева со скоростью 300°/сек до 920° и закалки в воде; $\times 4$. Твердость $H_{Rc} = 53,5$

зывает, что переход от картины рис. 2 а к картине рис. 2 в совершается постепенно.

Дальнейшее расширение интервала съемки до 2 мм показало циклическую повторяемость наблюдаемых изменений; картины, подобные приведенным на рис. 2 а и в, повторялись примерно через 0,4 мм. На рис. 3 приведена зависимость угловой протяженности «хвостов» астеризма по длине образца. Характерно, что кривая имеет асимметричный вид: после медленного увеличения угловой протяженности «хвостов» следует быстрый спад. Период повторяемости кривой равен 0,4 мм, как это видно из рис. 3, за исключением области второго подъема протяженностью 0,2 мм; это связано, повидимому, с наличием дефектов на поверхности кристалла.

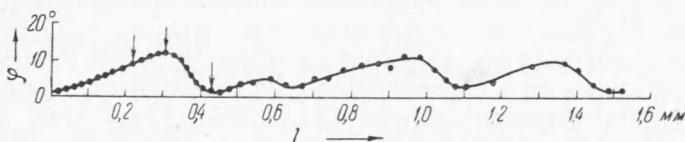


Рис. 3. Кривая зависимости протяженности «хвостов» астеризма от места съемки. Места кристалла, соответствующие рис. 2 а, б и в, отмечены стрелками

Аналогичная циклическая воспроизводимость картин, менее ярко выраженная, получается при съемке деформированных растяжением монокристаллов кадмия — картина периодически повторяется через 0,3 мм.

Следует отметить, что как в случае олова, так и в случае кадмия поверхность растянутых кристаллов покрывается сетью примерно параллельных штрихов, удаленных друг от друга на расстояние 0,3—0,4 мм. Таким образом, связь между этими штрихами и изменением дифракционной картины совершенно очевидна. Эти штрихи, повидимому, являются полосами скольжения, т. е. теми участками кристалла, где плоскость скольжения выходит на поверхность кристалла. Расстояние между полосами скольжения на поверхности кристалла 0,3—0,4 мм соответствует расстоянию между действующими плоскостями скольжения в 30—40 μ (угол наклона плоскостей к оси образца порядка 6°), что находится в согласии по порядку величин с расстояниями между плоскостями скольжения, определяемыми оптическими методами (1).

Характерно, что области кристалла, расположенные около штрихов, дают на рентгенограмме картину рис. 2 а, тогда как средняя часть кристалла между штрихами дает рентгенограмму рис. 2 в.

Съемка других деформированных монокристаллов (алюминия, цинка, никеля, хлористого серебра) не проводилась систематически. Однако и в этих случаях можно видеть на щелевых снимках значительно более четко выраженную раздробленность «хвостов» астеризма, чем на обычных рентгенограммах. Даже на кристаллах технически чистого алюминия можно заметить эту «стратообразность» в распределении интенсивности по длине селективного максимума, хотя на обычных снимках не обнаруживается какого-либо заметного дробления «хвостов» астеризма (3). Таким образом, щелевая съемка узким пучком рентгеновских лучей позволяет обнаружить раздробление интерференционных максимумов и в тех случаях, когда обычная съемка фиксирует непрерывное распределение интенсивности.

Исходя из полученных результатов, можно сделать вывод, что кристалл разбивается на отдельные участки — блоки, слегка повернутые относительно друг друга (примерно на $0,3^\circ$) уже в процессе пластической деформации, а не при последующем отжиге, как это утверждает Кан (4) (так называемая «полигонизация»). Возможно, что при отжиге

происходит лишь укрупнение этих участков, что и обнаруживается даже обычными методами съемки.

В местах выхода плоскостей скольжения на поверхность наблюдается максимальная степень раздробленности, — мозаичности (см. рис. 2 а).

При съемке с узкой щелевой диафрагмой можно определить примерный размер блоков, на которые разбивается кристалл в процессе пластической деформации. Он оказывается порядка 1μ и меньше. Величина блоков зависит от природы образца и от степени деформации: с увеличением степени деформации величина блоков уменьшается. Это можно наблюдать при сравнении щелевых снимков, полученных с одного и того же образца при различных степенях деформации.

Несомненно, что с помощью щелевых снимков, полученных с деформированного кристалла, соответствующим образом ориентированного, и при использовании также съемки «на отражение» можно определить не только размеры блоков, на которые разбивается кристалл в процессе пластической деформации, но и определить форму блоков и характер нарушений кристаллической решетки вблизи плоскостей скольжения, что весьма существенно для правильного понимания механизма пластической деформации.

Представляет интерес также получение картин диффузного рассеяния рентгеновских лучей при помощи щелевой диафрагмы, так как весьма возможно, что нарушения сил связи между атомами при деформации локализованы в достаточно малых областях (5).

Поступило
12 X 1953

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ D. Kulmann, Zs. f. Metallkunde, 41, 120 (1950). ² Е. Шмид, В. Боас, Пластичность кристаллов, 1938. ³ Е. В. Колонцова, Диссертация, МГУ, 1950. ⁴ R. W. Cahill, J. Inst. Metals, 76, 121 (1949). ⁵ Е. В. Колонцова, ДАН, 75, 189 (1950).